UNIVERSITÉ DE CAEN FACULTÉ DES SCIENCES

N° d'ordre 44.

THÈSES

PRÉSENTÉES

à la FACULTÉ des SCIENCES de l'UNIVERSITÉ DE CAEN

POUR OBTENIR

le grade de DOCTEUR ES SCIENCES PHYSIQUES

PAR

Guy GOUREAUX

1re THESE :

PROPRIÉTÉS ÉLECTRIQUES ET MAGNÉTOGALVANIQUES DES COUCHES MINCES DE NICKEL

2e THESE :

Propositions données par la Faculté :

LA RÉSONANCE FERROMAGNÉTIQUE

Présentées et soutenues le 3 Octobre 1960

JURY :

MM. L. NEEL, Membre de l'Institut.

A. COLOMBANI, Professeur à la Faculté des Sciences. *Président*

J.-L. COJAN, Professeur à la Faculté des Sciences.. *Examinateur*

P. GIACOMO, Professeur à la Faculté des Sciences.. *Examinateur*

IMCA, Éditeur, Caen

UNIVERSITÉ DE CAEN FACULTÉ DES SCIENCES

N° d'ordre 44.

THÈSES

PRÉSENTÉES

à la FACULTÉ des SCIENCES de l'UNIVERSITÉ DE CAEN

POUR OBTENIR

le grade de DOCTEUR ES SCIENCES PHYSIQUES

PAR

Guy GOUREAUX

1re THESE :

PROPRIÉTÉS ÉLECTRIQUES ET MAGNÉTOGALVANIQUES DES COUCHES MINCES DE NICKEL

2e THESE :

Propositions données par la Faculté :

LA RÉSONANCE FERROMAGNÉTIQUE

Présentées et soutenues le 3 Octobre 1960

JURY :

MM. L. NEEL, Membre de l'Institut.

A. COLOMBANI, Professeur à la Faculté des Sciences. *Président*

J.-L. COJAN, Professeur à la Faculté des Sciences.. *Examinateur*

P. GIACOMO, Professeur à la Faculté des Sciences.. *Examinateur*

R. UNIV.
BIBLIOTHEEK
LEIDEN

FACULTÉ DES SCIENCES DE L'UNIVERSITÉ DE CAEN

Doyen : M. LOZAC'H, Professeur *(Chimie)*

PROFESSEURS :

MM.	DANGEARD	*(Géologie)*
	SCHERER	*(Physique générale)*
	APERY	*(Calcul Différentiel et intégral)*
	JACQUET	*(Microbiologie)*
	BOCQUET	*(Zoologie)*
	COLOMBANI	*(Physique)*
Mme	WALTER-LEVY	*(Chimie)*
MM.	PITOT	*(Botanique)*
	CAMPBELL	*(Mécanique rationnelle)*
	BACHELET	*(Chimie)*
	MALLIAVIN	*(Mathématiques)*
	VIALLE	*(Chimie)*
	LE ROUX	*(Physique Appliquée)*
	COJAN	*(Physique)*
	PALLU de la BARRIERE	*(Mathématiques)*

PROFESSEURS SANS CHAIRE :

MM.	REY	*(Zoologie)*
	PHAM	*(Mathématiques)*
	MONIER	*(Minéralogie)*
	GIACOMO	*(Physique)*
	BINET	*(Botanique)*
	CONIA	*(Chimie)*

MAITRES DE CONFERENCES :

MM.	GRAFF	*(Chimie)*
	ROMANET	*(Chimie)*
	PAREYN	*(Géologie)*
	DOGUET	*(Biologie végétale)*
	DELLOUE	*(Physique)*
	CABANNES	*(Physique)*
	RYBAK	*(Physiologie animale)*
	MABBOUX-STROMBERG	*(Physique)*
	GIRAULT	*(Mathématiques)*
	SCHAAL	*(Chimie)*
	NATAF	*(Mathématiques)*
	THUREAU	*(Electronique)*
	GEFFROY	*(Mathématiques)*
	BARRAT	*(Physique)*

M. CAUCAL ..... *Secrétaire Principal des Facultés.*

A mon Maître

Monsieur A. COLOMBANI,

Professeur à la Faculté des Sciences
de l'Université de Caen.

En témoignage de profonde gratitude.

A ma Famille,

A mes Amis.

INTRODUCTION

Depuis les études de Maurain (1901) concernant les propriétés magnétiques des dépôts électrolytiques et leurs actions à distance [82], de nombreux travaux expérimentaux ont été publiés sur les propriétés électriques et magnétiques des couches (1) minces métalliques. Celles-ci peuvent être obtenues par différents procédés mais à l'heure actuelle, c'est celui de l'évaporation thermique qui est le plus employé. Les paramètres dont il dépend sont connus : température et nature du support, distance support-creuset d'évaporation, incidence et vitesse de l'évaporation, vide limite, nature des molécules résiduelles. Ils sont assez aisément contrôlables. D'ailleurs, grâce aux progrès de la technique du vide et de l'électronique, l'obtention et la mesure des propriétés des films se fait dans des conditions sans cesse améliorées. Les dépôts obtenus présentent des propriétés stables et reproductibles et il est bien évident que de grands progrès pourront certainement être encore réalisés lorsque les évaporations pourront être effectuées dans des « ultra-vides ».

Les théories ont également évolué depuis celle de J.-J. Thomson. K. Fuchs [46] puis Sondheimer [123-124] ont donné un tableau d'ensemble des propriétés des films minces (conductibilité, effet Hall, magnétorésistance). Cependant leurs théories ne sont réellement applicables qu'aux couches de « vrais métaux » (c'est-à-dire ceux dont les ions ne contiennent que des couches électroniques saturées ou pseudo-saturées) dont le réseau est parfait, dont une des dimensions de l'échantillon étudié est extrêmement petite par rapport aux deux autres et qui ne sont pas soumises à l'action d'un support.

Le cas particulier des couches minces ferromagnétiques a été étudié théoriquement par C. Kittel, L. Néel, Klein-Smith et Valenta. Dans l'ensemble la confrontation des résultats expérimentaux et de ces dernières théories commence à donner des résultats cohérents. Il semble acquis, comme nous

(1) Les termes dépôt, film, lame, couche, pellicule sont des expressions synonymes.

le verrons, que dans les conditions expérimentales actuelles et en conclusion aux mesures d'effet Hall, de magnétorésistance ou de l'observation directe des cycles [3, 15, 20, 26, 27, 29, 33, 36, 56, 59, 67] :

1. — que l'aimantation spontanée décroît rapidement quand l'épaisseur devient inférieure à 200 angströms environ ;

2. — que les températures de Curie ferromagnétiques décroissent avec l'épaisseur notamment pour les épaisseurs inférieures à 100 angströms ;

3. — qu'aux très faibles épaisseurs les domaines ferromagnétiques sont aimantés dans le plan de la lame, tandis qu'aux épaisseurs plus élevées ils le sont perpendiculairement à la lame.

Rappelons enfin que la technique industrielle utilise de plus en plus les lames minces ferromagnétiques en particulier pour la mise au point des mémoires des calculatrices et des cerveaux électroniques. Ceci nécessite bien entendu, la connaissance extrêmement précise des propriétés magnétiques, notamment le processus d'aimantation, des lames.

Rappel des résultats connus.

Toutes les théories supposent un métal compact possédant un réseau parfait. Aucune ne tient compte de la nature réelle des dépôts qui sont formés de groupements de cristallites au contact. De même aucune théorie ne tient compte de l'influence du support qui est importante aux faibles épaisseurs, ni des tensions internes du dépôt, dont dépend étroitement le champ coercitif dans le cas des ferromagnétiques.

Le problème de la conductivité des lames minces métalliques a attiré l'attention de J.-J. Thomson dès 1901. C'est en 1938 que K. Fuchs [46] en a donné un développement mathématique satisfaisant en s'appuyant sur l'équation de Boltzmann : il donne les variations du rapport σ/σ_0 en fonction de e/l (2). La généralisation de ce problème a été donnée par Sondheimer [123, 124] qui l'a étendue au cas où un champ magnétique agit sur le film. Sondheimer étudie ainsi le comportement de l'effet Hall, de la magnétorésistance, ainsi que les anomalies de l'effet de « peau ». Ses résultats ont été très bien vérifiés pour les métaux alcalins en particulier.

Sur la base de considérations énergétiques C. Kittel [72] a élaboré une théorie relative à la configuration des domaines dans les couches minces et les petites particules. Quand les dimensions de l'échantillon étudié diminuent, les contributions relatives des diverses énergies à l'énergie

(2) σ et e représentent la conductivité et l'épaisseur du dépôt.
σ_0 la conductivité du métal massif.
l le libre parcours moyen des électrons dans le métal à l'état massif.

totale sont modifiées, « les énergies de surfaces » (des parois de Bloch, par exemple) deviennent plus importantes que les « énergies de volume » (telle l'énergie magnétostatique). Pour les dimensions infimes, on est amené à envisager la disparition des parois de Bloch, l'échantillon est alors constitué d'un domaine unique plan. Kittel est ainsi amené à considérer trois configurations de domaines selon l'épaisseur des couches minces, l'axe de facile aimantation, dans les trois cas, étant supposé être perpendiculaire à leur plan :

a) Les films les plus épais ($e > 3\,000$ angströms) seraient constitués de domaines aimantés perpendiculairement à leur surface et antiparallèles. Des « domaines de fermeture » prismatiques, aimantés dans le plan des lames compléteraient cette structure de manière à fermer les circuits magnétiques.

b) Les pellicules les plus minces, uniformément aimantées dans leur plan, constitueraient des domaines uniques.

c) Enfin le dépôt pourrait être constitué de domaines antiparallèles, le circuit du flux restant ouvert. Ce dernier cas n'est possible que si l'on a affaire à une très grande anisotropie.

Complétant les données de cette théorie, Monsieur L. Néel [96, 97] a calculé que l'énergie des parois de Bloch dans un dépôt mince augmente d'abord quand l'épaisseur de la couche diminue puis, après être passé par un maximum retrouve sa valeur normale quand le film est devenu très mince. D'autre part, le même auteur a montré la possibilité de la formation de parois dans des couches très minces : l'aimantation, dans le plan des dépôts, s'oriente suivant la direction d'énergie minimale. Les deux sens étant possibles on a deux catégories de domaines élémentaires plans, séparés par des parois à 180° perpendiculaires à leur plan.

Enfin, pour tenir compte de conditions de stabilité des domaines dans les films très minces ferromagnétiques, J. Kaczer [68, 69] à la suite de calculs d'énergie des parois de Bloch, a été amené à envisager une structure en domaines comportant des « doubles parois de Bloch ». Cette théorie a été reprise par plusieurs auteurs [5, 78].

La théorie de Klein-Smith [73, 50] prévoit la variation de l'aimantation des couches minces (formées d'un réseau cubique dont le plan [100] est parallèle au plan du dépôt) en fonction de leur épaisseur et de la température. Elle s'appuie sur la théorie de Bloch [9] des ondes de spin et de ce fait subit les mêmes restrictions que cette dernière, c'est-à-dire qu'elle n'est théoriquement valable qu'aux très basses températures.

Elle montre que pour des épaisseurs inférieures à une certaine « épaisseur critique » (fonction de la température et des dimensions du

dépôt) l'aimantation décroît rapidement et sa loi de variation avec la température est linéaire pour les films formés d'une seule couche atomique, et en $T^{3/2}$ pour les couches plus épaisses. Enfin l'aimantation d'un dépôt d'épaisseur donnée (pour une température donnée) est une fonction décroissante des dimensions.

Une théorie de l'aimantation spontanée des films minces pour les températures élevées est dûe à Valenta [126, 127, 128] qui applique à la théorie de Klein-Smith les considérations de Heisenberg [58]. La théorie de Valenta traite de l'aimantation spontanée des dépôts minces homogènes, de dimensions infinies, composés d'atomes d'une seule espèce placés dans le vide. Elle est basée sur le « schéma généralisé des sous-réseaux » de Néel [94] et conduit à des résultats tout à fait identiques à ceux que l'on obtient dans le cas des échantillons massifs. Un argument important est en faveur de cette théorie : contrairement à celle de Klein-Smith, elle a trait à des réseaux cristallins de corps ferromagnétiques parfaits mais réels.

A la suite de la découverte de Hall en 1879, de nombreux chercheurs se sont consacrés à l'étude de ce phénomène en particulier sur des matériaux ferromagnétiques variés. En 1893, Kundt [76] indique que l'effet Hall de susbtances ferromagnétiques est principalement déterminé par l'aimantation. Pugh et ses collaborateurs successifs [105, 106, 107, 108] confirment cette proposition et la formulent dans sa forme définitive : cet effet est la somme de deux termes, l'un dû exclusivement au champ appliqué, l'autre à l'aimantation, ce qui rend nécessaire l'intervention de deux constantes de Hall. En fonction de la température, le phénomène a été étudié très tôt : les travaux de A.-W. Smith [122] sur les métaux ferromagnétiques font encore autorité. Ils ont été repris plus récemment par J.-P. Jan [65, 66] et H.-M. Gijsman [64] dans l'intervalle de température – 190°, 600°C.

Peu d'auteurs se sont consacrés à l'étude du phénomène en couches minces : en fait son allure rappelle de très près celle que l'on observe pour les matériaux massifs et son interprétation utilise la même argumentation.

Quant à la magnétorésistance des ferromagnétiques, elle a fait l'objet de quelques études en couches minces : en particulier par Itterbeeck et ses collaborateurs [130, 131, 132] aux basses températures, par Reimer [111, 112], W. Hallenthal [59], T. Rappeneau [110] à la température ambiante.

D'une façon générale, les lames utilisées pour ces divers travaux, ne sont pas ou sont très grossièrement recuites : elles présentent des champs coercitifs assez importants, largement supérieurs à ceux que l'on observe dans les métaux usuels. Enfin, l'allure des phénomènes observés met en évidence l'existence de domaines et permet de déduire le mécanisme d'aimantation de ces lames.

Nouveaux résultats expérimentaux et but de ce travail.

Dans ce travail, je me suis inspiré des principes et méthodes d'investigation mis au point au laboratoire de Physique Expérimentale du Collège de France par A. Colombani [16, 18] pour les recherches concernant le nickel d'ionoplastie :

1. — bien définir les conditions d'obtention des lames et n'étudier que les dépôts dont les propriétés sont bien stables et reproductibles,

2. — relier dans toute la mesure du possible les propriétés étudiées, par exemple celle de la conductibilité électrique, aux propriétés magnétiques et si possible à la structure du dépôt.

Pendant l'évaporation et la mesure des propriétés de mes dépôts, le vide (3) est maintenu à 10^{-6} mm de Hg (ce qui correspond à une contamination (4) très inférieure à une molécule de gaz résiduel pour 100 de métal incident, pour un taux d'évaporation du nickel de 60 angströms/seconde).

Mon étude a porté sur un grand nombre de lames minces de nickel (250 environ). Dans un premier chapitre j'examine rapidement les techniques mises en œuvre dans la préparation des dépôts. Je passe ensuite à l'étude de l'évolution spontanée de la résistance électrique des films à différentes températures et aux résultats concernant leur conductibilité électrique (chapitre II). Puis j'aborde les phénomènes galvanomagnétiques qui sont étudiés en fonction de l'épaisseur des films et de la température ; d'abord l'effet Hall (chapitre III) puis la magnétorésistance (effets perpendiculaire, transversal et longitudinal) dans le chapitre IV. Enfin l'étude de la formation et de l'évolution des couches très minces de nickel sous l'action

---

(3) L'indication de la valeur absolue de la pression dans l'enceinte d'évaporation est insuffisante pour définir en toute rigueur le taux de contamination des films minces. En fait, il faut évaluer la probabilité de choc entre les molécules du dépôt et du gaz résiduel, on doit donc tenir compte, outre de la pression :

— de la vitesse d'évaporation
— de la distance du creuset au support de condensation
— du fait qu'une partie seulement des molécules entrant en collision « adhère » au dépôt.

(4) D'après la loi de Graham, le nombre de molécules d'un gaz qui traversent par seconde un centimètre carré de surface est :

$$A = 3{,}51.10^{22} \frac{P}{\sqrt{MT}}$$

où P est la pression en mm de Hg.
et M la masse moléculaire.

d'un champ électrique constitue le chapitre V. Dans un dernier chapitre, un essai est tenté afin d'établir un lien entre l'aimantation spontanée des dépôts et leur résistance électrique ; à ce sujet j'ai repris les travaux connus pour le métal usuel et portant soit sur la conductibilité électrique (Cabrera [12, 13], Mott [84, 85, 86, 87]), soit sur l'effet Hall (Karplus, Luttinger [70, 78] et Smit [120]) en essayant d'appliquer leurs résultas à à l'interprétation du comportement des lames minces.

J'aurai ainsi l'occasion, tout au long de ce travail de montrer que s'il existe, qualitativement, de nombreuses analogies entre les propriétés des lames minces et des échantillons usuels ferromagnétiques, il est nécessaire de tenir compte de conditions particulières aux films minces (de leur structure essentiellement) pour expliquer en détail les phénomènes dont ils sont l'objet.

Ce travail a été effectué au Laboratoire de Physique des couches minces de la Faculté des Sciences de l'Université de Caen sous la direction de M. le Professeur Colombani. Je tiens à lui exprimer toute ma gratitude et ma sincère reconnaissance pour l'aide et les nombreux et affectueux encouragements qu'il n'a cessé de me prodiguer.

Qu'il me soit permis d'exprimer à M. le Professeur Néel, Membre de l'Institut, ma profonde gratitude pour l'intérêt qu'il a porté à ce travail et pour l'honneur qu'il m'a fait en acceptant la présidence de la thèse.

Je tiens également à exprimer toute ma reconnaissance à la Faculté des Sciences de Caen et au Centre National de la Recherche Scientifique pour l'aide matérielle dont ils m'ont fait bénéficier. Sans eux ce travail n'aurait pu être entrepris.

Mes remerciements s'adressent aussi aux Physiciens et Techniciens du Laboratoire. Leur cordial concours me fut précieux face aux délicates techniques que j'ai dû utiliser.

CHAPITRE PREMIER

RÉALISATION DES COUCHES MINCES

L'étude des couches métalliques minces exige, pour une parfaite reproductibilité des phénomènes mesurés, une technique aussi « évoluée » que possible et une définition précise des conditions dans lesquelles les dépôts sont préparés et étudiés. Tenant compte de ces conditions générales bien connues et aussi de celles qui peuvent survenir du fait de l'activité chimique du nickel, j'ai adopté le procédé suivant : les lames sont obtenues à partir de l'évaporation thermique d'un dépôt électrolytique de nickel sur filament de tungstène purifié. Elles sont déposées sur un support amorphe (pyrex ou silice poli optiquement). Le vide effectivement réalisé pendant l'évaporation et maintenu pendant les recuits et les mesures, est toujours de l'ordre de 10^{-6} mm de mercure.

I,1. — L'INSTALLATION A VIDE.

Le groupe de pompage comporte une pompe à diffusion d'huile (Apiezon C) de 1 500 litres de vitesse de pompage munie d'un baffle réfrigéré au fréon (—30°C). Les mesures sont faites à l'intérieur d'une cloche à vide ou d'un manchon en acier inoxydable de 110 dm^3 sur lequel on peut disposer un électroaimant.

Cet ensemble permet d'atteindre un vide de 10^{-5} mm de mercure qui est mesuré à l'aide d'une jauge à ionisation (Balzers) dont la gamme de mesure s'étend de 10^{-2} à 10^{-8} mm de mercure, ce qui satisfait toutes nos exigences quant à la sensibilité et la précision dans le domaine qui nous intéresse.

I,2. — LE SUPPORT DE CONDENSATION.

Nous avons utilisé indifféremment des lames de pyrex ou de silice (90 × 14 × 2 mm) polies optiquement.

Leur préparation se déroule en deux temps :

— la première opération a pour but d'obtenir des surfaces de condensation rigoureusement propres. Nous procédons comme il a déjà été indiqué dans plusieurs mémoires [16, 28]. Les lames sont plongées dans les vapeurs nitreuses résultant de la réaction de l'acide nitrique avec une petite quantité d'alcool éthylique ; lavées soigneusement à plusieurs reprises à l'eau bidistillée puis séchées au papier Joseph.

— la seconde opération consiste à débarrasser les lames des gaz occlus à leur surface. Pour cela elles subissent un chauffage prolongé (4 à 6 heures) à 420° C dans un vide voisin de 10^{-6} mm de mercure.

Ces lames sont ensuite conservées dans un très bon vide.

I,3. — LA PREPARATION DES FILAMENTS D'EVAPORATION.

Il est bien connu qu'il n'est pas possible d'évaporer du nickel à partir de creusets, fussent-ils en tungstène, puisqu'il se forme des alliages dont les points de fusion sont inférieurs à celui du nickel. Pour éviter la défaillance du « creuset » due à la formation de l'alliage, nous avons utilisé comme « source d'évaporation », un fil de tungstène enroulé en hélice sur lequel est électrolysé le nickel à évaporer. La quantité de nickel déposé est telle que, localement, lorsque se forment les gouttes de nickel en fusion, la masse de tungstène reste, de beaucoup, plus importante ; la destruction du support due à l'alliage est pratiquement éliminée.

Le filament est obtenu en enroulant au rouge sombre, du fil de tungstène aussi pur que possible, de 7/10 mm sur une tige métallique (de 5 mm de diamètre). Chaque filament comporte une dizaine de spires.

Avant de procéder à l'électrolyse, nous « flashons » ce filament pour le débarrasser des impuretés qu'il supporte ; il devient blanc brillant. Il va de soi que toutes les manipulations qui suivront se feront en préservant ces filaments du contact d'objets moins propres qu'eux.

Bain électrolytique. — Le principal constituant d'une telle solution est un sel de nickel qui donne une quantité suffisante d'ions Ni^{++} par dissociation électrolytique. En outre, deux autres conditions doivent être remplies pour assurer la conservation du bain : il doit nécessairement renfermer une concentration correcte en ions assurant l'attaque anodique ainsi que la régularisation de la concentration en ions hydrogène.

Aussi, dans le but de satisfaire ces conditions sans risquer d'introduire des impuretés, nous avons adopté un bain mixte de chlorure et d'acétate de nickel (dépourvu de sulfate de nickel et d'acide borique). Ce bain (1), qui travaille à 45-50°C à un ph de 4,5 environ, ne présente là aucun phénomène anodique. La densité du courant est de l'ordre de 10 A/dm^2.

On sait l'influence des impuretés sur les propriétés du nickel. Il était donc fondamental de n'en introduire aucune au cours de la préparation du nickel d'évaporation (au cours de telles manipulations, elles pourraient être introduites par l'attaque de l'anode, par l'emploi de sels impurs, ou accidentellement par contamination du bain).

Nous avons prévenu ces diverses causes en opérant avec le maximum de propreté et en utilisant des produits très purs :

— le bain a été préparé avec des produits É. Merck A.G. ; pour un litre de solution : 250 g. de $NiCl_2$, $6H_2O$ (contenant au maximum 0,01 % de cobalt) et 190 g. de $(NiCH_3CO_2)^2$ auxquels est ajoutée la quantité d'acide chlorhydrique nécessaire pour amener le ph aux environs de 4,5.

— l'anode est constituée par une plaque de nickel (100 × 40 × 2 mm) spectroscopiquement pur (provenance : Johnson Matthey (2).

L'électrolyse terminée, les filaments sont lavés à l'eau bidistillée, séchés, conservés sous vide puis chauffés à 500-600°C pendant plusieurs heures sous très bon vide. Cette opération qui termine l'affinage du nickel d'évaporation a aussi l'avantage de purger les dépôts électrolytiques de nickel des quantités assez considérables d'hydrogène qu'ils contiennent toujours. Le nickel ainsi obtenu et déposé sur les filaments de tungstène, est blanc et poreux.

---

(1) C'est l'acétate de nickel et l'acide acétique qui jouent conjointement le rôle de tampon. L'acide acétique, qui n'entre pas dans la composition du bain, apparaît sous l'action de l'acide chlorhydrique, qu'on ajoute pour obtenir le ph indiqué, et qui décompose une quantité équivalente d'acétate. La teneur des deux constituants peut varier dans de larges limites. Nous avons introduit la moitié du nickel sous la forme de chacun des deux sels.

(2) La pureté de ce nickel est très largement supérieure à 99,99 %. Les principales impuretés métalliques sont :

— Aluminium (< 0.0005 %)
— Cuivre (< 0.0001 %)
— Fer (< 0.001 %)
— Magnésium (< 0.0001 %)
— Silicium (< 0.0002 %)

I,4. — L'EVAPORATION DU NICKEL.

Il est nécessaire d'obtenir des lames minces aussi pures que possible. Or il est évident que la cause principale de contamination au cours de cette opération est la présence de l'air résiduel dans l'enceinte.

Il est donc indispensable de travailler dans le meilleur vide possible et de compenser l'apport d'atomes étrangers, pendant la formation des lames, par un taux d'évaporation élevé. Pour les lames les plus épaisses (e supérieur 100 angströms) la vitesse d'évaporation utilisée est de l'ordre de 50 angströms par seconde. Pour profiter au maximum de cet avantage, un obturateur commandé, à l'aide d'un petit électroaimant, de l'extérieur de l'enceinte à vide (cf la photographie) permet de ne découvrir le support de condensation qu'à partir du moment où la vitesse d'évaporation atteint approximativement la valeur désirée.

Pour les épaisseurs très faibles (quelques angströms à 100 angströms) un tel taux d'évaporation serait très difficile à mettre en œuvre, aussi, dans ce cas nous avons procédé un peu différemment. Le filament d'évaporation est chauffé lentement jusqu'à 1 000°C — 1 100°C alors que l'obturateur protège la lame de pyrex, il est ainsi purgé de tous les gaz qu'il a pu absorber depuis sa formation. La lame est alors découverte pendant qu'on augmente très modérément le chauffage du filament. L'évaporation se fait très lentement à la vitesse de quelques angströms par seconde.

Précisons aussi que la contamination par le tungstène du filament ne peut exister aux températures que l'on atteint : en effet, le rapport des tensions de vapeur, nickel/tungstène, y est d'environ 10^7-10^8.

Après leur obtention, les lames minces sont conservées sous vide en attendant de subir le recuit dont je reparlerai au chapitre suivant.

I,5. — LES CONTACTS.

Ils sont de deux sortes :

a) les contacts, de forte épaisseur par rapport à celle de la lame, obtenus par évaporation thermique d'or ou de nickel. Les lames de pyrex ou de silice étant rigoureusement propres, ces contacts sont bien continus et très adhérents. J'utilise des contacts de nickel lorsque mes expériences sont effectuées en fonction de la température, ceci pour éviter la diffusion d'un métal étranger dans le nickel étudié. Cependant j'ai pu constater que cette diffusion était infime dans toute la gamme d'épaisseur envisagée et pour les températures atteintes (420°C maximum) et était inexistante pour les épaisseurs inférieures à 200 angströms ; aussi, dans le dessein d'écono-

miser mes filaments d'évaporation longs à préparer, j'ai presque toujours utilisé l'or au-dessous de 200 angströms.

J'ai d'ailleurs procédé à quelques expériences de contrôle (avec des contacts en nickel) qui n'ont révélé aucune anomalie particulière dans les résultats précédemment obtenus.

La forme des contacts, le « dessin » des lames, variables suivant le phénomène étudié (fig. 1), sont obtenus grâce à des « caches » de mica (épaisseur 0,05 mm) découpés suivant le contour désiré. D'une façon générale, les contacts sont évaporés avant le dépôt à étudier.

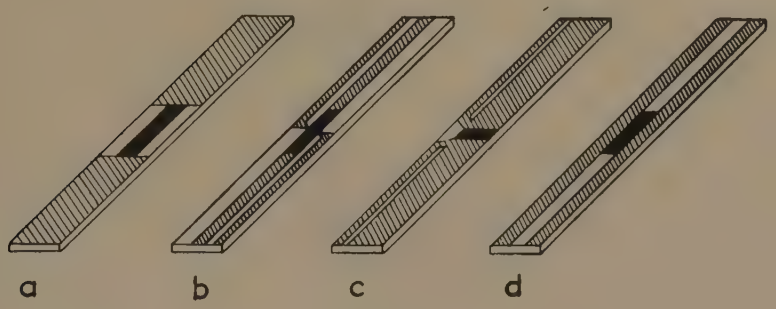


FIGURE 1

b) ces contacts sont « repris » par des contacts métalliques qui diffèrent suivant l'expérience envisagée.

Pour les études de conductibilité, 2 barrettes d'acier inoxydable serrent 2 petits ressorts en tantale lesquels maintiennent en place 2 « coussins » métalliques (feuille de tantale chirurgical de 0,0064 mm pliée plusieurs fois sur elle-même) qui assurent un contact parfait exactement aux limites du dépôt étudié (fig. 2a). Ce dispositif a l'avantage d'éliminer des mesures d'influence des contacts évaporés. En effet, lorsqu'ils sont en nickel, ceux-ci présentent une résistance (qui, quoique faible, varie avec la température) et les anomalies ferromagnétiques du nickel massif gênantes pour l'observation des phénomènes en couches minces.

— quant aux contacts nécessaires aux mesures d'effet Hall et de magnétorésistance, ils sont assurés par barrettes en acier inoxydable qui serrent les contacts évaporés par l'intermédiaire d'un fil d'or (fig. 2b).

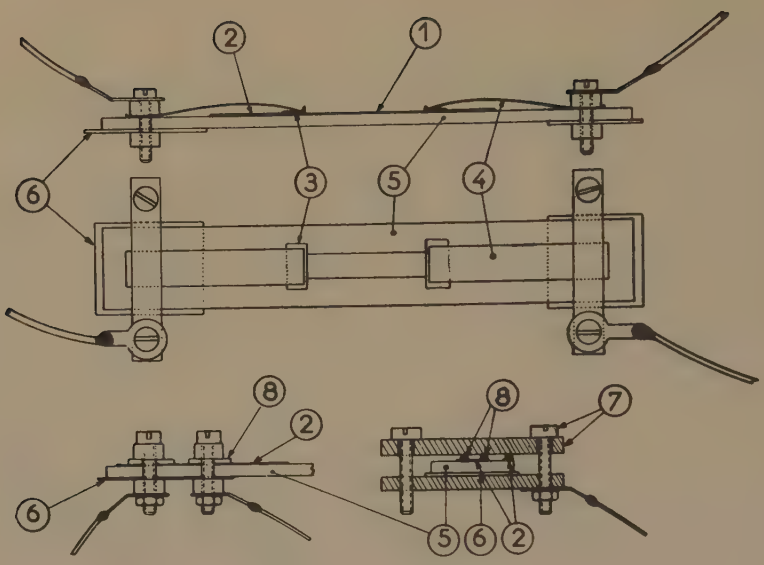


FIGURE 2

1. — lame de nickel étudiée
2. — contacts évaporés épais
3. — coussins de tantale
4. — ressorts de tantale
5. — lame de pyrex
6. — feuille de mica 10/10eme
7. — vis et contacts inox.
8. — fil d'or

I,6. — DETERMINATION DES EPAISSEURS.

Aucune méthode de mesure des épaisseurs des dépôts n'est susceptible de donner des valeurs irréprochables. Toutes présentent en effet des défauts inhérents à la méthode elle-même et à la structure des lames minces.

La structure d'une lame mince est essentiellement irrégulière — d'autant plus que l'épaisseur est plus faible — de sorte que cette dimension peut varier dans d'assez grandes limites d'un endroit à l'autre du dépôt. En outre, cette épaisseur est profondément influencée par le traitement subi par la lame au cours de sa préparation (voir chapitre V) : sa compacité peut être modifiée dans une large proportion, d'où il résulte que des lames de même masse par unité de surface présentent des écarts d'épaisseur importants. Il est par conséquent très difficile de donner une définition « géométrique » précise de l'épaisseur d'une couche mince. Dans ce travail, j'ai utilisé le paramètre que l'usage a consacré sous la dénomination « d'épaisseur équivalente » ou « d'épaisseur massique ».

A l'aide d'une microbalance apériodique Sartorius-Werke M. P. R. 5, j'ai déterminé l'épaisseur de chaque dépôt par la méthode pondérale en supposant la densité constante et égale à celle du métal massif. (J'ai adopté pour densité du nickel la valeur d = 8,89). Je procède de la façon suivante: avant l'évaporation je dispose de part et d'autre du support de condensation et symétriquement 2 lamelles-couvre-objet de microscope (de 500 mm² environ) nettoyées comme les lames de pyrex. Ces deux lames sont pesées avant et après l'évaporation, la différence m donne le poids du dépôt. L'épaisseur est définie par le rapport e = m/S.d où S est la surface de la lamelle-couvre-objet. J'ai pris soin de toujours prendre la moyenne des deux valeurs e_1 et e_2 données par deux lames témoins obtenues simultanément. D'autre part, j'ai éliminé toute mesure pour laquelle $(e_1 - e_2)/e_1 > 10$ %. J'ai adopté comme résultat la moyenne d'une dizaine de pesées successives sur chaque témoin.

J'ai ainsi obtenu la courbe (fig. 5) donnant la résistivité ϱ des couches minces de nickel en fonction de leur épaisseur pour e supérieur à 20 angströms, ϱ s'obtenant simplement à partir de la résistance R par la relation = R e l/L (l largeur, L longueur de l'échantillon). La précision est médiocre pour les plus faibles épaisseurs. Bien que la différence m soit accessible avec une erreur absolue de 1 µg la précision est de l'ordre de 20 % dans cette zone (inférieur à 50 angströms) puis elle augmente avec l'épaisseur pour être de l'ordre de quelques pour cents (5 ou 6) vers 1 000 angströms. Il est évident, puisque la détermination de m se fait à l'air, que cette méthode de mesure est encore critiquable à cause des adsorptions des gaz (d'importance croissante quand l'épaisseur diminue) qui entraînent une erreur systématique (surestimation des épaisseurs massiques).

Il est nécessaire enfin de préciser que tous les « événements » qui interviennent et qui peuvent perturber les résultats sont soigneusement notés au fur et à mesure qu'ils se présentent afin d'en tenir compte dans la détermination du « sens » de l'erreur. De même, les mesures ultérieures des autres grandeurs physiques sur ces lames permettent de les classer les unes par rapport aux autres : la dispersion des valeurs des résistivités pour des épaisseurs voisines peut ainsi être très sensiblement réduite.

Ceci étant, les résultats chiffrés auxquels je suis parvenu au cours de ce travail se « recoupent » bien avec ceux obtenus par d'autres chercheurs en des domaines qui exigent la détermination des mêmes « paramètres » de base [29, 32, 33, 113].

Remarquons aussi que, dans la gamme d'épaisseurs inférieures à une vingtaine d'angströms, il est illusoire de fixer une épaisseur. J'ai donc classé ces dépôts à l'aide de leur résistance superficielle R_s : c'est-à-dire la résistance d'une lame carrée de 1 cm de côté, le courant uniformément réparti,

étant parallèle à l'un des côtés. Je reviendrai au chapitre V sur cette notion de résistance superficielle.

J'ai donc étudié dans ce travail les propriétés des dépôts de nickel dans la gamme d'épaisseurs s'étendant de quelques angströms à 1 500 angströms environ. Les lames d'épaisseur inférieure à 20 ansgtröms ont une résistance superficielle comprise entre 1 200 à 1 300 ohms et quelques mégohms. L'épaisseur 20 angströms correspond à $R_s = 1\,200$ ohms environ.

I,7. — RECUIT DES LAMES.

Cette opération comme toutes les autres, devait être menée à l'abri de l'air, dans un très bon vide afin d'éliminer des phénomènes tels que l'adsorption, l'absorption ou l'oxydation. J'ai donc réalisé le recuit sous vide, dans la cloche d'évaporation, jusqu'à une température de 420°C qui, étant supérieure au point de Curie du nickel usuel (358°C) place après refroidissement, tous les dépôts dans le même état magnétique.

Le four est constitué d'un cylindre d'alumine sur lequel sont enroulées en spirale deux couches de fil de Molybdène de 10/10e montées en parallèle, et isolées l'une de l'autre par un enduit de ciment réfractaire. Les spirales sont plus serrées aux extrémités du cylindre qu'au centre pour compenser les pertes de chaleur dues aux ouvertures des extrémités. Le diamètre et la longueur du four ont été calculés de façon qu'en son centre la température soit bien uniforme (à $\pm$ 1° près) sur une longueur de 3 cm afin qu'une lame soit sensiblement à la même température sur toute sa longueur utile pendant la durée d'une mesure. Intérieurement, le four est doublé d'une feuille de tantale de faible épaisseur isolée de la paroi d'alumine et dont le but essentiel est d'uniformiser la température du four sur une plus grande longueur. Il est placé à l'intérieur d'un cylindre en tôle d'acier inoxydable faisant office de réflecteur. De même, à chaque extrémité est disposé un disque plan fortement réfléchissant vers l'intérieur du four. L'ensemble de ces dispositifs réflecteurs est très efficace : les parois de la cloche à vide s'échauffent à peine de quelques degrés quand le four est à 500°C ; ce four permet d'atteindre 800°C sans difficulté. Les fils de connexion pour les mesures de résistance et le couple sortent de cette enceinte par de petits trous isolés à l'aide d'œillets en alumine frittée.

L'alimentation du four est assurée par un transformateur basse tension à partir du secteur alternatif par l'intermédiaire d'un alternostat. La puissance nécessaire pour atteindre 420°C (maximum atteint au cours de ces recherches) est de 450 watts sous 24 volts.

I,8. — LA MESURE DES TEMPERATURES.

Les lames, qui sont dirigées suivant l'axe du four, ne touchent pas ses parois, elles sont supportées transversalement par deux petits barreaux de pyrex disposés dans un plan horizontal. Cette précaution étant prise, l'échange de chaleur dans le four se fait presqu'exclusivement par rayonnement ; aussi la définition de la température à la surface d'une lame de pyrex y est-elle très difficile et ne peut guère être assurée, dans les meilleures conditions, qu'à 2° près.

La difficulté réside dans le fait que la température donnée par la soudure du thermocouple doit être la température de surface de la lame, or dans le domaine du spectre infrarouge correspondant aux températures étudiées, les pouvoirs émissifs, les capacités calorifiques et les conductivités de la lame support et des divers éléments du four sont fort différents ; j'ai donc essayé de me placer dans les meilleures conditions de mesures en prenant les précautions suivantes :

1. — en utilisant un « couple ruban » (soudure chaude et conducteurs laminés dans du fil de 2/10 de mm) maintenu, à l'aide de deux petits cavaliers de mica faisant ressort, sur une grande longueur au contact de la surface de la lame dont on désire mesurer la température.

2. — en utilisant un manchon de tantale disposé intérieurement à 1 mm de la paroi du four servant de relai au rayonnement de la paroi d'alumine. Le tantale ayant une meilleure conductibilité ($\lambda = 0{,}130$) que l'alumine, c'est une paroi à température relativement uniforme qui rayonne sur la lame étudiée et le thermocouple.

3. — enfin en chauffant lentement et en stabilisant la température pendant une mesure.

Mesure de la force électromotrice du couple au millivoltmètre.

J'utilise une « chaîne » comportant deux soudures distantes de deux mètres environ. La nécessité de « passer » dans l'enceinte à vide ne m'a permis d'utiliser un circuit homogène, aussi j'ai pris garde à ce que les points de jonctions entre les fils de connexion ne soient pas des sources d'erreur.

Un couple mesure toujours une différence de température : pour déterminer avec précision la température de la soudure chaude il est indispensable de connaître sans ambiguïté celle de la soudure froide ; malgré les inconvénients que cela présente j'ai pris pour repère la température de la glace fondante (celle-ci, finement pilée et contenue dans un entonnoir, est régulièrement agitée au moment des mesures).

Nous disposons comme appareil de mesure d'un galvanomètre A.O.I.P. type G 221 dont la résistance interne est de 20,14 ohms et la sensibilité en ampères de 28.10^{-9} A/mm. Or il est évident qu'avec un tel appareil j'ai dû prendre quelques précautions pour éviter les erreurs provoquées par la chute de tension dans les fils de connexion, la déviation du millivoltmètre est en effet fonction de la résistance du circuit (c'est-à-dire la résistance du couple, des fils de jonction, du cadre du galvanomètre) résistance qui varie avec la température extérieure et la résistance propre du couple.

J'ai adopté un couple BTE-CTE des Aciéries d'Imphy (sensibilité 58 μV par degré) étalonné avec précison et qui a une résistance sensiblement constante à toutes températures [114, 115].

Pour être à l'abri d'une variation possible de la résistance du circuit de mesure dont la valeur n'excède pas 100 ohms, j'ai inséré dans ce circuit une résistance de 3 000 ohms en constantan qui réduit à 3 % de leur valeur, les variations relatives de la résistance de l'ensemble (fils de Thermocouple et de liaison, cadre du galvanomètre).

Notre appareil de mesure comporte une échelle de 16 cm qui est utilisée sur toute sa longueur entre 0 et 400°C. La linéarité du galvanomètre vérifiée, nous pouvons apprécier avec certitude le 1/2 degré (1 mm = 2,5°C).

Signalons enfin que nous avons étalonné le galvanomètre pour trois températures [0°, 100° et 252° (étain)].

Compte tenu des remarques que j'ai faites quant aux erreurs commises aux deux soudures, j'estime avoir mesuré les températures avec une erreur maximum de 4° au voisinage de 400°C.

Mesures potentiométriques :

a) J'ai pu, vers la fin de ce travail utiliser un potentiomètre avec pile étalon gradué en mV et sensible à 1 — 2 μV (potentiomètre A.O.I.P. type B 12). Il m'a permis de reprendre certaines de mes mesures. Ces vérifications m'ont confirmé les résultas antérieurs et la précision précédemment donnée.

b) Enfin, lorsqu'il ne s'agissait que de simples contrôles de températures, par exemple lors des recuits des lames qui servirent aux mesures de tension de Hall et de magnétorésistance, je me suis servi d'un potentiomètre pyrométrique P. 41 (à pile étalon incorporée) étudié pour permettre des mesures rapides ; la précision n'excède pas quelques degrés.

I,9. — CHAUFFAGE DES DEPOTS DANS L'ENTREFER DE L'ELECTROAIMANT — MESURES DES TEMPERATURES.

Selon le phénomène étudié, l'intensité du champ magnétique devait varier soit de 0 à 25 000 œrsteds (effet Hall) soit de 0 à 8 000 (magnétorésistance : effet perpendiculaire) ou encore de 0 à quelques centaines d'œrsteds (magnétorésistance : effet transversal ou longitudinal). La largeur de l'entrefer est donc passée de 6 mm dans le premier cas à 20 mm dans les autres cas. Evidemment la possibilité de faire varier la température des lames était fort différente d'un entrefer à l'autre :

a) dans le petit entrefer, je n'ai pas eu d'autre solution que d'adopter un mode de chauffage dans lequel la conduction est prépondérante. Une lame de tantale de 7/100 parcourue par le courant de chauffage est prise en « sandwich » entre deux lames de pyrex, l'une d'entre elles supporte le dépôt à étudier. Cet ensemble est enfermé dans deux cylindres concentriques de mica argentés intérieurement faisant réflecteurs.

La mesure de la température est assurée grâce à la variation de la résistance R du dépôt, résistance préalablement étalonnée en fonction de la température par le procédé décrit au paragraphe précédent — la variation de R est importante et la précision de la mesure est celle de l'étalonnage ($\pm$ 4° près à 400°C).

b) dans l'entrefer de 20 mm (étude de la magnétorésistance) le procédé de chauffage a changé avec l'effet mesuré. C'est la même lame qui sert aux mesures de deux des effets envisagés (perpendiculaire et transversal) mais dans deux positions à $\pi/2$ l'une de l'autre.

J'ai d'abord mesuré l'effet perpendiculaire. Pour faire varier la température, j'ai construit un petit four de 45 mm de longueur bobiné sur un tube rectangulaire d'alumine frittée dont les dimensions intérieures sont 15 $\times$ 3,5 mm. Le bobinage est réalisé en ruban de nickel-chrome amagnétique. Ce four est pourvu de réflecteur du même type que ceux déjà décrits ; il atteint facilement 400°C. Pour atteindre cette température une puissance de 24 W est nécessaire. Le courant maximum qui circule dans l'enroulement (1 ampère) crée un champ alternatif de l'ordre de 2 œrsteds à 200°C et inférieur à 5 œrsteds pour 400°C, qui ne perturbe en aucune manière les mesures. La température est mesurée à l'aide du couple BTE-CTE par le procédé déjà mentionné. Au cours de cette expérience la résistance de la lame est étalonnée en fonction de la température pour permettre la détermination de cette dernière lors de la mesure de l'effet transversal.

Dans l'étude de l'effet transversal le chauffage est effectué comme pour les mesures d'effet Hall — un ruban de tantale chauffé par un courant électrique. La température est repérée par la mesure de la résistance de la lame.

I,10. — MESURES AUX BASSES TEMPERATURES.

L'appareil a été conçu et réalisé de façon à permettre l'étude de la conductibilité des lames sous un très bon vide à des températures pouvant atteindre celle de l'azote liquide.

Il est principalement constitué par un tube de cuivre rouge aplati enfermant la lame. Il sert de « chemise » rayonnante et son inertie thermique permet à la fois une certaine stabilisation et une uniformisation de la température. Ce tube est obturé aux deux extrémités par des disques de mica aluminés faisant réflecteurs (fig. 3). J'utilise un système de régulation par thermistances qui donne des « paliers de température » à 1° près. Un thermomètre à résistance de platine sert à déterminer la température ; sa résistance est de 100 ohms (± 0,001) à 0°C et sa variation est de l'ordre de 0,48 ohm/degré, aussi la variation de résistance des fils de jonction constitués de tresse d'argent (0,138 ohm à 20°C) est-elle négligeable en valeur relative. L'abaissement de température est lent (45° à l'heure environ) ; l'équilibre thermique est en pratique constamment réalisé. La température est mesurée avec une précision largement supérieure au degré.

Ce dispositif comporte en outre une sole chauffante permettant de porter la lame à 200°C environ afin de la purger des gaz adsorbés avant la mesure : cette précaution est indispensable pour les lames de faible épaisseur.

I,11. — MESURES DES RESISTANCES.

La valeur de la résistance de la lame à mesurer me guidait dans le choix de la méthode à appliquer.

Pour les résistances dont la valeur est comprise entre l'ohm et le mégohm, j'ai utilisé un pont de Wheastone (A.O.I.P. type B 20) avec un galvanomètre à faible résistance de cadre. Ce même pont était monté en pont de Thomson pour les résistances inférieures à l'ohm.

Pour les résistances supérieures à 1 mégohm, j'ai utilisé la mesure en « loi d'Ohm ». Naturellement, un isolement suffisant de tous les organes de mesure était réalisé. J'ai également utilisé, pour un petit nombre de lames (R supérieur à 3 ou 4 Mω) un méghomètre de précision.

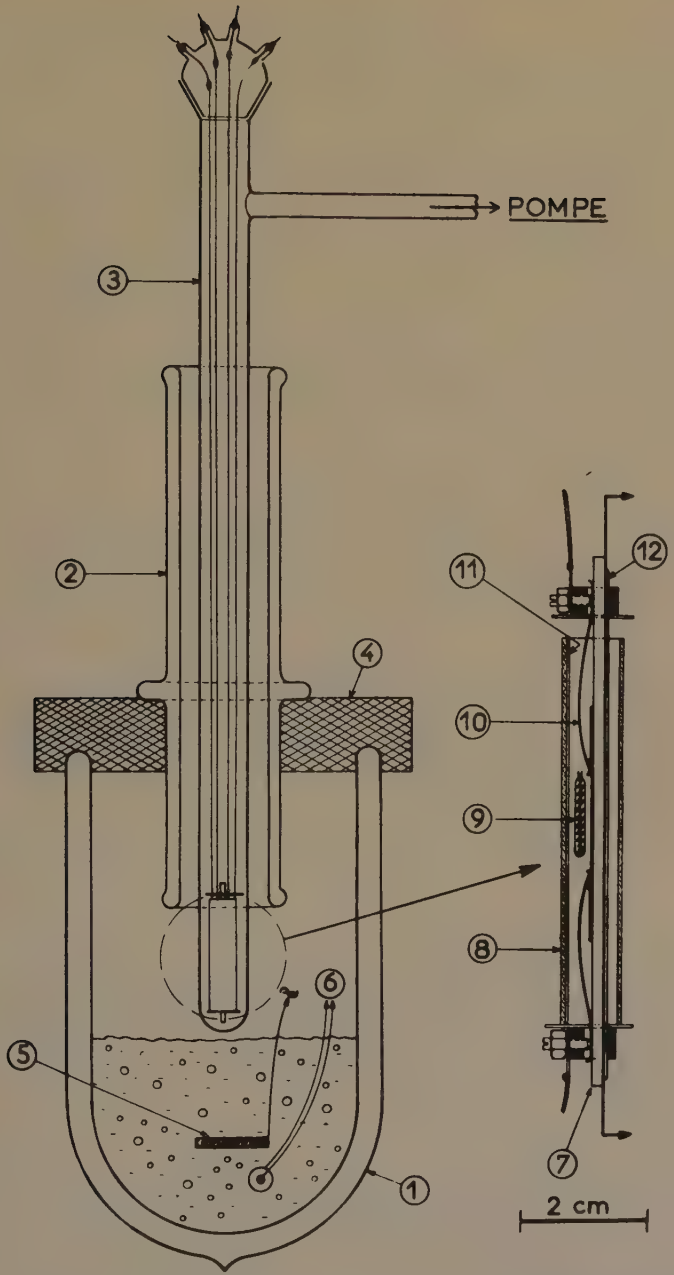


FIGURE 3

1 — vase Dewar contenant l'azote liquide.
2 — manchon Dewar.
3 — tube de verre (enceinte à vide).
4 — Klégécel.
5 — résistance chauffante.
6 — thermistances « alarme ».
7 — lame de pyrex sur laquelle est évaporée la couche mince étudiée.
8 — « chemise », cuivre rouge.
9 — thermomètre à résistance de platine.
10 — ressorts en tantale.
11 — feuille de mica 1/10.
12 — feuille de mica 10/10 serrant la sole suffisante contre la lame de pyrex.

NOTA. — A l'extérieur du manchon de cuivre, j'ai monté 2 thermistances pour assurer la régulation de la température.

I,12. — PRODUCTION D'UN CHAMP MAGNETIQUE SOUS VIDE.

J'ai fait construire un électroaimant qui est fixé sur la platine supérieure de l'enceinte à vide, les pièces polaires étant à l'intérieur. L'électroaimant a été étudié de façon à permettre toutes les mesures sous vide. Quatre sortes de pièces polaires répondent exactement aux nécessités du travail envisagé. Elles offrent la possibilité de faire varier les champs de quelques œrsteds à 26 500 œrsteds et les entrefers de 6 mm à 20 mm. Leur forme simple et leur fixation aisée rendent leur remplacement rapide. Je peux ainsi placer les dépôts à mesurer dans toutes les positions par rapport à la direction du champ magnétique.

Description de l'appareil : (voir la photographie)

Le circuit magnétique a été réalisé en fer Armco recuit, après usinage, à 800° dans une atmosphère d'hydrogène. Il porte deux bobines de 1 600 spires de 20/10 réparties en deux galettes (refroidies par une circulation d'eau) qui peuvent être couplées en série ou en parallèle. Les lames de nickel sont maintenues dans l'entrefer grâce à deux électrodes solidaires de la platine supportant l'électroaimant. Ces électrodes assurent également le passage du courant d'alimentation du four, l'électroaimant est alimenté à partir d'un générateur continu stabilisé. Pour obtenir un champ de 23 000 œrsteds dans un entrefer de 6 mm, la puissance absorbée est de l'ordre du kilowatt.

Etalonnage :

Les caractéristiques « champ, courant d'alimentation » ont été obtenues à l'aide de bobines d'étalonnage. Pour les champs faibles notamment (inférieurs à 150 œrsteds) j'ai utilisé une bobine de 4 500 m² qui m'a assuré une très bonne précision. La valeur du champ rémanent est très faible, sans influence sur les mesures. Il n'y a donc aucune difficulté dans la définition du champ même aux très faibles valeurs.

I,13. — OBSERVATIONS PRELIMINAIRES SUR LES DEPOTS MINCES DE NICKEL : ADSORPTION-OXYDATION.

J'ai déjà dit, avec quelle minutie il faut éliminer toute cause de contamination des dépôts; or pour certaines mesures, on est obligé, pendant quelques minutes, de sortir les couches dans l'air ambiant pour les monter rapidement dans l'entrefer de l'électroaimant ; on pouvait craindre adsorp-

tion et oxydation. Aussi était-il indispensable d'étudier l'influence de ces divers facteurs. J'ai pu constater les phénomènes suivants :

a) Il est aisé de mettre en évidence l'influence qualitative de l'adsorption de l'air sur les lames. Il suffit pour cela de contrôler leur résistance quand on fait entrer l'air (à l'aide d'une microfuite) dans l'enceinte préalablement vidée. Que les lames, conservées sous très bon vide depuis leur formation, soient ou non recuites, cette résistance croît ; elle peut doubler sa valeur dans le cas des lames de très faible épaisseur — la nouvelle valeur de la résistance se stabilise au bout de 3 à 4 minutes.

b) en faisant de nouveau le vide dans la cloche on peut observer un phénomène inverse, mais la nouvelle résistance ne se stabilise que beaucoup plus lentement et jamais dans ce cas je n'ai retrouvé sa valeur initiale (avant l'entrée d'air). Le phénomène paraît ne pas être absolument réversible. Il ne l'est que lorsque la variation de pression de l'air est assez faible (au maximum quand la pression ne dépasse pas 5.10^{-3} mm de mercure environ). L'augmentation de résistance n'est alors que de quelques pour cents. Cette remarque m'a permis de maintenir les dépôts pendant un certain temps dans la cloche bien que les pompes soient à l'arrêt (pendant la nuit, par exemple).

c) la lame étant restée à l'air quelques minutes, après l'avoir replacée sous vide, j'ai fait croître très lentement sa température en la stabilisant sur des paliers de plus en plus élevés. En mesurant la résistance de cette lame, on constate que plus l'isotherme est élevée, plus cette résistance se rapproche de celle que le dépôt possédait à la même température, avant qu'on l'ait exposé à l'air. J'ai pu de cette façon retrouver la courbe initiale de variation de la résistance en portant la lame à 250°C pendant 1 heure environ.

On peut donc toujours corriger l'erreur qu'entraînerait la présence de gaz adsorbé par le dépôt en le chauffant lentement dans un très bon vide. J'ai ainsi opéré systématiquement avant toute mesure quand je devais, au préalable, effectuer le montage dans l'air.

Le fait que l'on retrouve absolument la même valeur de la résistance après la suite des opérations *a*), *b*), *c*), d'une part, ainsi que d'autres faits expérimentaux (chapitres 3 et 4), me permettent d'affirmer qu'il n'y a pas d'oxydation des dépôts. Ceci est en complet accord avec les observations déjà faites [133].

Enfin au chapitre 3, je préciserai l'influence de l'adsorption sur les propriétés magnétiques.

I,14. — ASPECT DES LAMES.

Les dépôts obtenus sont gris blanc pour les faibles épaisseurs et gris noir ou noir pour les lames épaisses. Dans tous les cas ils sont très brillants et ont un fort pouvoir réflecteur. Ils sont encore très légèremnt transparents dans le « visible » à 1 000 angströms. Enfin leur examen au microscope (grossissement 1 000) indique qu'ils semblent très unis même pour des épaisseurs de l'ordre de 20 angströms, ce qui ne fait que confirmer les constatations de Crittenden et Hoffman [31]. Ces observations sont valables pour toutes les lames, recuites ou non. Après recuit elles sont beaucoup plus adhérentes au support et paraissent légèrement plus foncées qu'avant recuit.

CHAPITRE II

CONDUCTIBILITÉ ÉLECTRIQUE DES COUCHES MINCES DE NICKEL

Parmi toutes les publications consacrées aux lames minces de nickel, il en est peu dans lesquelles leurs auteurs fournissent des renseignements précis sur la préparation des dépôts étudiés. Aussi a-t-on, souvent imprudemment, comparé des résultats qui n'ont sans doute que fort peu de rapports entre eux.

J'ai bien précisé les conditions d'évaporation des dépôts de nickel utilisés dans ce travail. Avant d'étudier systématiquement leurs propriétés électriques et magnétiques j'ai « recuit » tous ces dépôts à la même température (420°C) de façon à bien définir leur état électrique et magnétique initial.

Les propriétés électriques et magnétiques des couches minces sont en effet très sensibles aux divers facteurs intervenant pendant et après leur formation. De plus, les dépôts minces évoluent spontanément après leur évaporation du fait des modifications de structure qui s'y manifestent : pendant et immédiatement après leur projection il y a formation de cristallites, le « réarrangement » cristallin qui se produit ensuite est souvent très lent à la température ambiante.

Le présent chapitre est donc consacré aux observations effectuées sur l'évolution spontanée des films de nickel à diverses températures, au traitement qu'ils subissent pour être « stabilisés » et à l'étude de leur conductibilité électrique.

II,1. — EVOLUTION SPONTANEE DE LA RESISTANCE ELECTRIQUE.

Le phénomène d'évolution cristalline qui suit immédiatement la projection thermique des dépôts est bien connue, j'aurai d'ailleurs l'occasion d'y revenir (chapitre V). Je signalerai simplement que dans les conditions expérimentales où j'opère, le changement du sens de l'évolution (de la résistance en fonction du temps) a lieu pour des épaisseurs de l'ordre de 200 angströms correspondant à une résistivité superficielle après recuit de 11-1 200 ohms environ. Cette valeur n'est qu'un ordre de grandeur puisqu'elle dépend de maints paramètres et en particulier de la température du support pendant la projection ainsi que de la vitesse d'évaporation.

L'étude des évolutions isothermes [26, 52] de la résistance avec le temps et à diverses températures comprises entre l'ambiante et 420°C nous a apporté un premier résultat important. La figure 4 représente le réseau se rapportant à une lame de 240 angströms. Pour chaque isotherme, on constate une décroissance de la résistance électrique jusqu'à un palier stable.

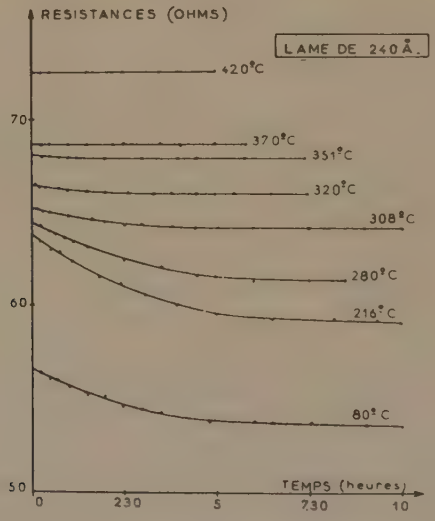


FIGURE 4

Au-dessus de l'épaisseur 20 angströms, cette diminution isotherme de résistance cesse pour chaque épaisseur de couche, à une température T_p qui n'est autre que la température de Curie paramagnétique du dépôt étudié. Nous reviendrons plus tard sur ce point. Les isothermes pour 370°C et au-dessus sont rigoureusement horizontales.

Ainsi, une fois dépassée la température du point de Curie paramagnétique il n'y a plus d'évolution thermique dans le temps de la résistance électrique de la lame. Après retour à la température ambiante la courbe caractérisant la variation de la résistance en fonction de la température est strictement réversible entre 0 et 420°C. C'est un résultat important car il nous a permis d'obtenir des lames comparables quelque soit l'épaisseur et indépendantes des fluctuations des paramètres intervenant dans l'évaporation. Sauf exceptions que je signalerai, *tous les phénomènes que nous rapportons dans ce travail ont été étudiés sur des lames recuites à 420°C.* Ce recuit est effectué de la façon suivante : je fais d'abord croître la température de 0° à 220°C environ à raison de 30°-40° l'heure, puis la température est maintenue à 220°C pendant 6 à 8 heures. Après retour à la température ambiante, le même processus est appliqué jusqu'à 280°C puis à 340°C et enfin à 420°C. Le recuit dure quatre jours. Les dépôts obtenus, dont l'épaisseur s'étend de quelques angströms (10-15) à 1 500 angströms sont extrêmement stables, reproductibles et continus.

En fonction de l'épaisseur, la variation de leur résistance électrique avant et après ce très long recuit est représentée par les courbes classiques de la fig. 5. Aux plus fortes épaisseurs, la résistivité obtenue est de l'ordre de 1,3 fois celle du nickel usuel d'évaporation. Ces résistivités croissent rapidement au-dessous de 200 angströms.

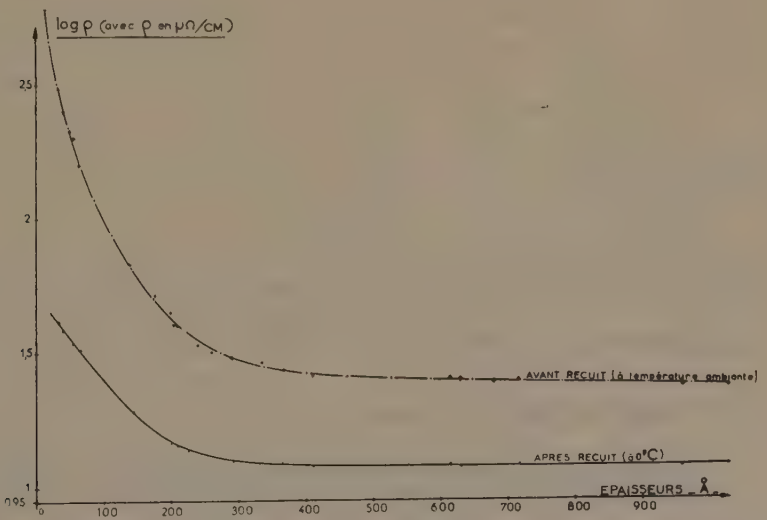


FIGURE 5

II,2. — ECARTS A LA LOI D'OHM.

De nombreux physiciens [7, 85, 86, 98, 100] ont mis en évidence sur divers métaux en couches minces des écarts importants à la loi d'Ohm en fonction de la différence de potentiel électrique appliquée. Je n'ai pas fait d'étude systématique de ce phénomène sur les dépôts de nickel, cependant j'ai vérifié avec une bonne précision que :

— avant que les films soient recuits, ces écarts apparaissent à des épaisseurs inférieures à 20 angströms pour des résistances superficielles R_s de l'ordre de 3 000 ohms et pour des potentiels appliqués de 2 à 3 dizièmes de volt/cm. Ils sont d'autant plus importants que l'épaisseur est faible.

— après recuit l'épaisseur à partir de laquelle ce phénomène commence à se produire est encore plus faible et pour la même tension appliquée nous ne l'avons décelée qu'à partir de $R_s = 5\,500$ à 6 000 ohms et au-dessus.

II,3. — ETUDE DES DEPOTS DE NICKEL EN FONCTION DE LA TEMPERATURE.

Les variations, en fonction de la température, de la résistance électrique et du coefficient de température, entre autres phénomènes, m'ont permis de mettre en évidence pour les couches minces une anomalie ferromagnétique, et de déterminer, par comparaison avec les propriétés semblables et bien connues du nickel usuel, les variations en fonction de l'épaisseur des dépôts, des températures de Curie ferromagnétique et paramagnétique.

Enfin nombreux sont les auteurs [7, 80, 85, 98] qui ont signalés que les couches métalliques très minces ont un coefficient de température négatif. J'ai retrouvé cette propriété pour les films minces de nickel dont les épaisseurs sont inférieures à 20 angströms.

J'ai donc été amené à considérer deux domaines d'épaisseurs pour lesquels les propriétés des lames sont nettement différentes. Le premier concerne les lames d'épaisseur supérieure à 20 angströms, le second les lames d'épaisseur inférieure à 20 angströms.

A. — Dépôts d'épaisseurs comprises entre 20 et 1 400 angströms.

La variation de la résistance de chacun d'eux en fonction de la température présente toujours la même allure (fig. 6). A partir de la température ambiante les courbes présentent une concavité dirigée vers l'axe des résistances. Le signe de cette concavité change pour chaque dépôt à une température qui dépend de l'épaisseur de celui-ci. Le point de Curie ferro-

magnétique T_r est défini par le point d'inflexion ainsi rencontré sur chaque courbe. Au-dessus d'une certaine valeur T_p de la température et pour la région s'étendant jusqu'à 420°C, on observe une variation rigoureusement linéaire qui correspond au paramagnétisme.

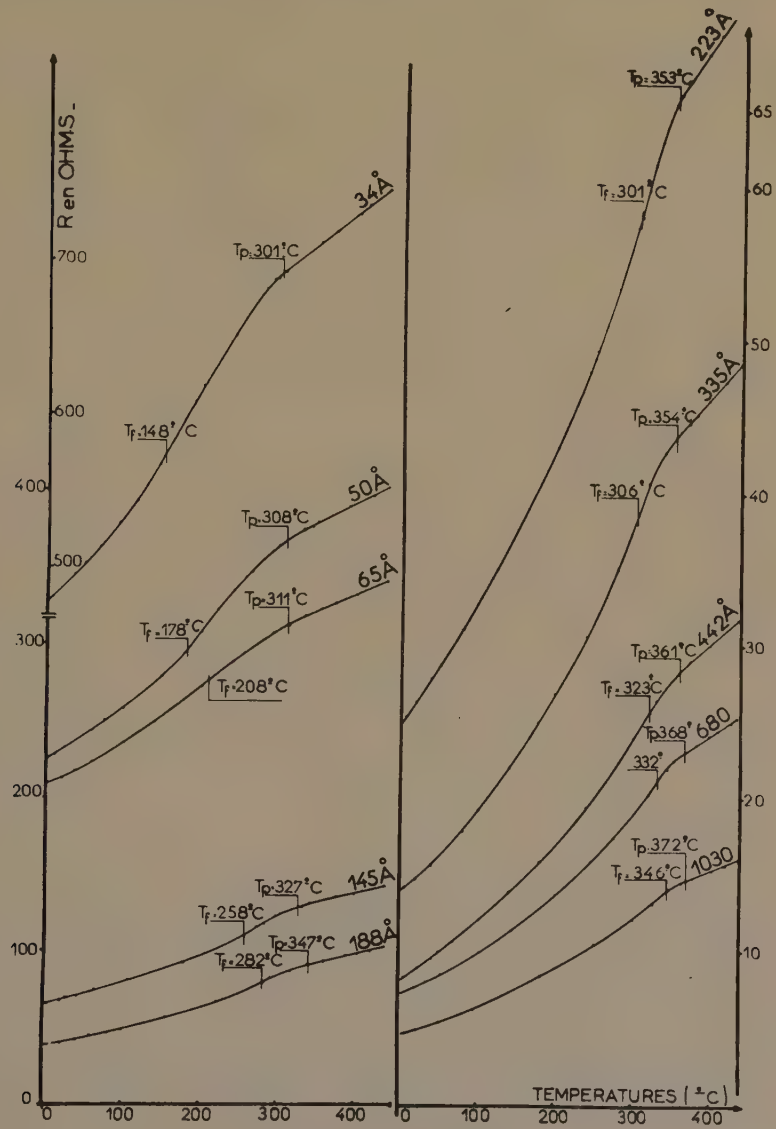


FIGURE 6

Cette étude systématique en fonction de l'épaisseur de la température m'a permis de faire la constatation suivante :

— la température paramagnétique est beaucoup moins influencée par l'épaisseur que la température ferromagnétique qui diminue très rapidement au-dessous de 100 angströms, par exemple T_f est de 60°C environ pour e = 25 angströms alors que T_p est encore de 280°C ; la différence (T_p — T_f) croît progressivement vers les faibles épaisseurs c'est-à-dire quand le nombre de couches atomiques diminue. Cette augmentation est particulièrement sensible à partir de 200 angströms (fig. 7). Pour les plus fortes épaisseurs on s'approche des valeurs usuelles : à 1 350 angströms T_p — T_f = 21° (T_p = 374°C, T_f = 353°C) alors que pour le nickel massif θ_f = 358°C, θ_p = 377°C.

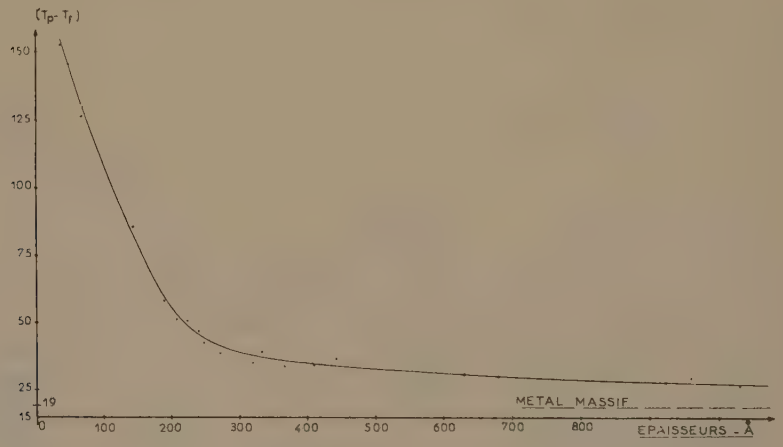


FIGURE 7

— en fonction de la température j'ai tracé les réseaux de courbes donnant pour chaque épaisseur la variation dR/dt (fig. 8) et du coefficient de température $\alpha_t = 1/R \cdot dR/dt$ (fig. 9).

Pour chaque épaisseur les courbes de chacun des deux réseaux présentent au point de Curie ferromagnétique l'anomalie bien connue des ferromagnétiques.

Conséquence du fait de la différence (T_p — T_f) croît rapidement pour les faibles épaisseurs : la chute du coefficient α_t entre T_f et T_p est d'autant moins abrupte que l'épaisseur est petite. Cette zone d'étalement qui correspond à l'existence d'un ordre à petite distance est d'autant plus large que l'épaisseur est plus faible.

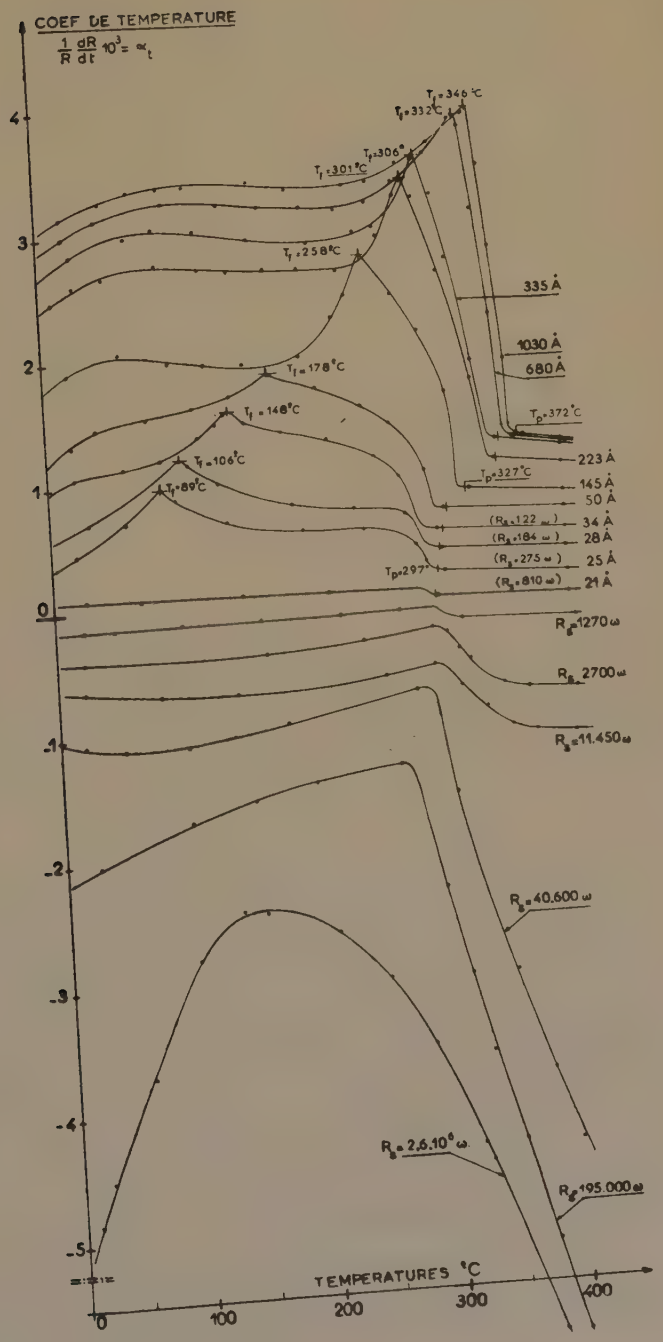

COEF DE TEMPERATURE
$\frac{1}{R}\frac{dR}{dt}10^3 = \alpha_t$
4
3
2
1
0
-1
-2
-3
-4
-5
T_f = 346°C
T_p = 332°C
T_f = 306°
T_f = 301°C
T_f = 258°C
T_f = 178°C
T_f = 148°C
T_f = 106°C
T_f = 89°C
335 Å
1030 Å
680 Å
T_p = 372°C
223 Å
T_p = 327°C
145 Å
50 Å
(R_s = 122 ω)
34 Å
(R_s = 184 ω)
28 Å
(R_s = 275 ω)
25 Å
T_p = 297°
(R_s = 810 ω)
21 Å
R_s = 1270 ω
R_s = 2700 ω
R_s = 11.450 ω
R_s = 40.600 ω
R_s = 2,6.10⁶ ω
R_s = 195.000 ω
TEMPERATURES °C
0
100
200
300
400

FIGURE 8

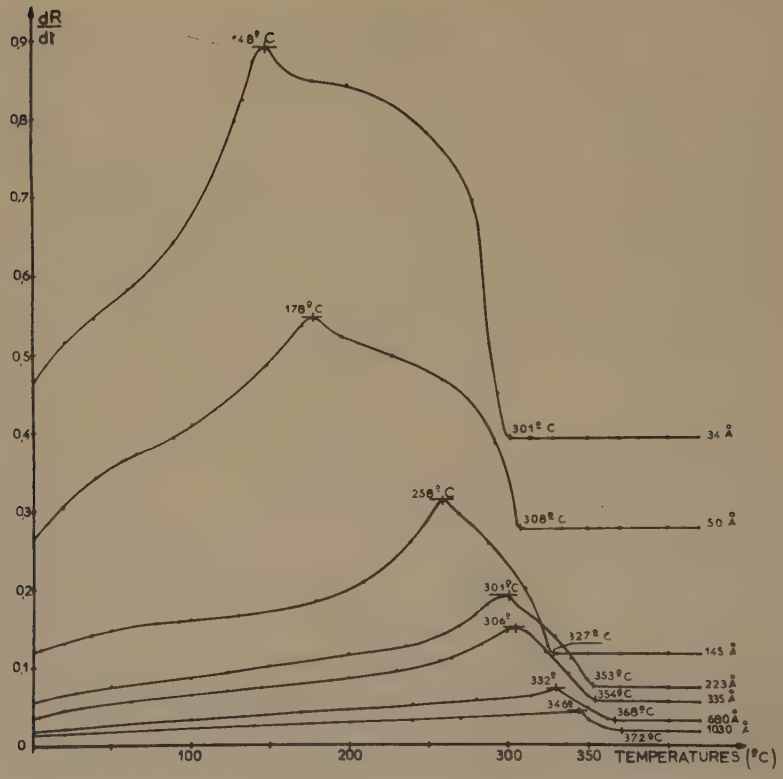


FIGURE 9

— on peut d'ores et déjà tracer la variation, en fonction de l'épaisseur, du rapport T_f/θ_f de la température de Curie ferromagnétique des dépôts à la température de Curie du nickel usuel ($\theta_f = 631°K$). La courbe obtenue (fig. 10) à l'allure des courbes théoriques de Klein et Smith [73], Glass [50] et Valenta [127] aux faibles épaisseurs (< 100 angströms) mais aux fortes épaisseurs notre courbe expérimentale atteint moins rapidement son palier que ces courbes théoriques.

— quant à la variation de T_p/θ_p en fonction de l'épaisseur (fig. 10) elle est peu influencée par la diminution d'épaisseur au-dessus de 20 angströms.

B. — En-dessous de 20 angströms.

L'allure du phénomène change complètement. Les lames de très faibles épaisseurs sont définies par la valeur de leur résistance superficielle R_s à 0°C après recuit (au-dessus de $R_s = 1\,000$ ohms environ on pénètre

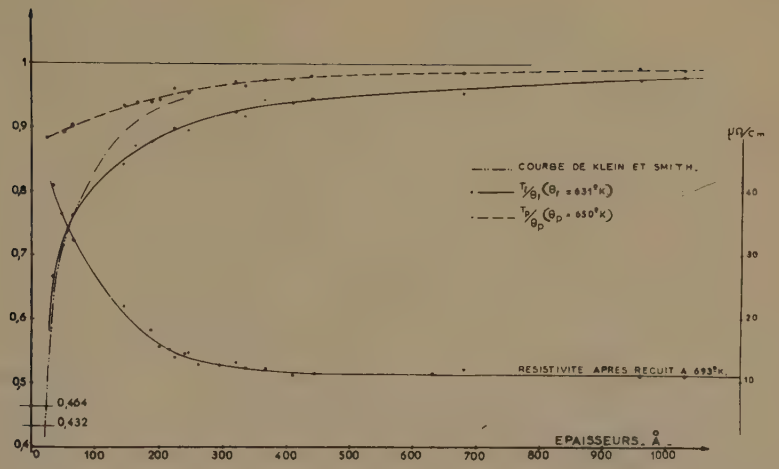


FIGURE 10

dans la zone d'épaisseurs inférieures à 20 angströms). Tous les dépôts ont subi le long recuit sous vide à 420°C. Après refroidissement à la température ambiante, chaque couche est caractérisée par une variation de sa résistance électrique en fonction de la température parfaitement réversible entre 0° et 420°C. Les courbes obtenues (fig. 11) présentent toutes un coefficient de température α_t négatif ; leur concavité, d'abord dirigée vers l'axe des résistances, change de signe vers 300°C. La décroissance de R à partir de cette température s'accélère. La limite commune des deux domaines d'épaisseurs que j'ai considérés correspond à $R_s = 1\,250$ ohms, dépôt pour lequel j'ai obtenu un coefficient de température nul dans l'intervalle (0, 420°C).

Sur la figure 8, j'ai représenté pour chaque épaisseur la variation du coefficient de température α_t en fonction de la température. Le changement d'allure de la variation de la résistance y est bien en évidence : le maximum de chaque courbe correspond au point d'inflexion des courbes $R = f(t)$. Ces maxima d'abord voisins de $t = 300$°C apparaissent à des températures d'autant plus faibles que l'épaisseur est minime dès qu'on atteint une résistance superficielle de 200 000 ohms.

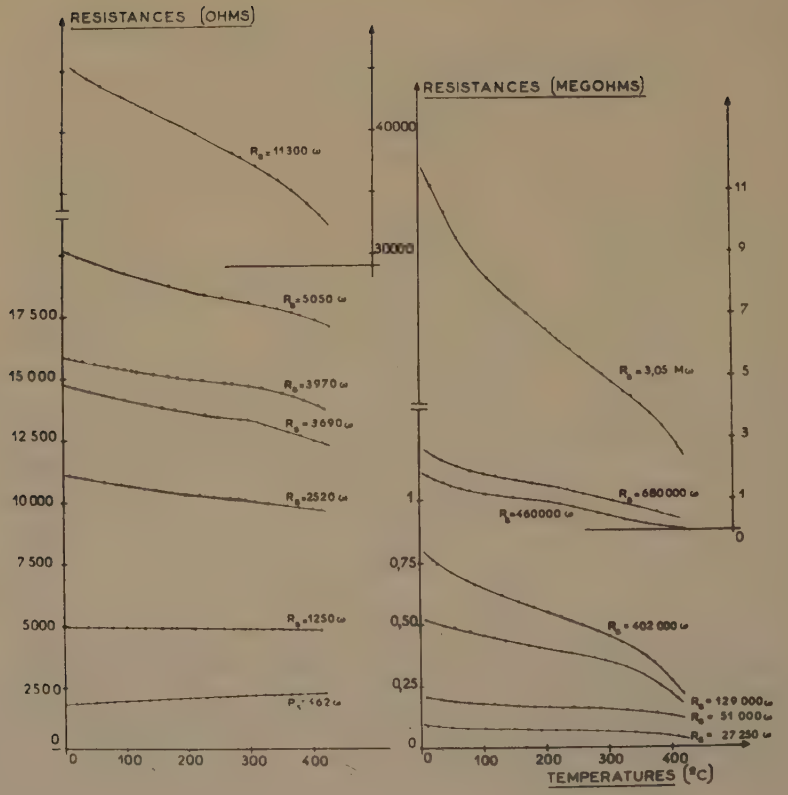


FIGURE 11

II,4. — CONDUCTIBILITE ELECTRIQUE AUX BASSES TEMPERATURES.

Il était intéressant d'étendre nos mesures vers les basses températures. Le dispositif que nous avons décrit nous a permis d'atteindre 85°K.

Les mesures ont été faites sur des lames ayant précédemment servi à étudier la caractéristique R = f (t) au-dessus de la température ambiante. Nous avons tracé ainsi les courbes donnant la variation de R en fonction de la température sur l'intervalle 85°K, 693°K.

Pour toutes les lames d'épaisseur supérieure à 20 angströms les courbes ont l'allure de celle de 235 angströms donnée fig. 12.

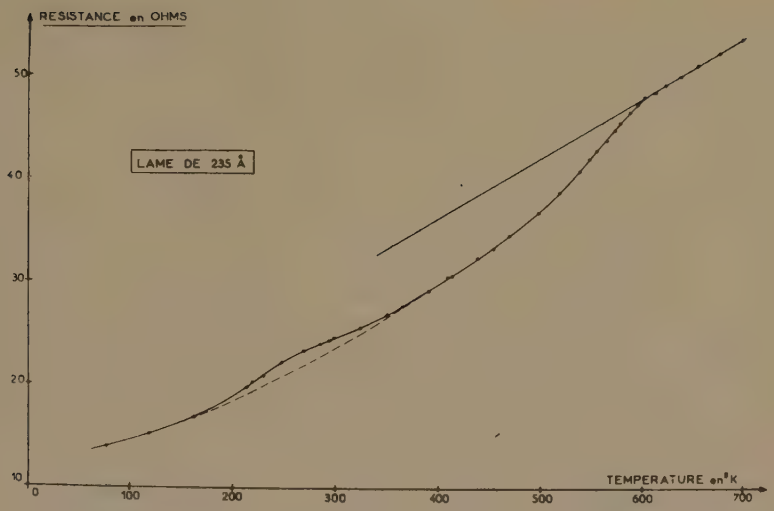


FIGURE 12

Entre 190 et 330°K elles présentent une anomalie dans la courbure générale. Si on extrapole les deux parties de concavité positive comprises entre 85 et 190°K et au-dessus de 330°K on s'aperçoit qu'elles sont parfaitement dans le prolongement l'une de l'autre et que si l'on considère la courbe générale obtenue (contenant la partie en tirets) elles ont l'allure classique des courbes connues pour les métaux ferromagnétiques.

Sur la fig. 13 j'ai tracé, en fonction de la température, la variation de la résistance d'une lame dont la résistance superficielle initiale est 10 200 ohms. Elle est représentative du phénomène pour toutes les lames dont $R_s > 1\,500\ \omega$. Exactement comme pour les « lames ferromagnétiques » on trouve entre 190°K et 330°K une courbure « anormale » et on peut généraliser pour ces épaisseurs la correction que nous avons introduite précédemment.

Une interprétation de cette irrégularité de la courbure d'ensemble de la courbe peut être trouvée dans la technique d'obtention des dépôts : ces films sont en effet évaporés sur des supports froids (20° environ) ; ils se trouvent de ce fait dans un état initial de tension élastique que le recuit ultérieur ne parvient pas à faire disparaître complètement. (Ce phénomène a déjà été signalé sous une autre forme par Crittenden, Hoffman [27, 60] et Mac Donald [80], ils ont montré qu'il était d'autant plus important que le support de condensation était à plus basse température).

En fait, les courbes ci-dessus sont celles qui présentent le phénomène le plus marqué ; dans leur ensemble, les lames étudiées conduisent à des écarts (entre la courbe expérimentale et celle en tirets) qui sont moins accusés quoique toujours facilement mesurables.

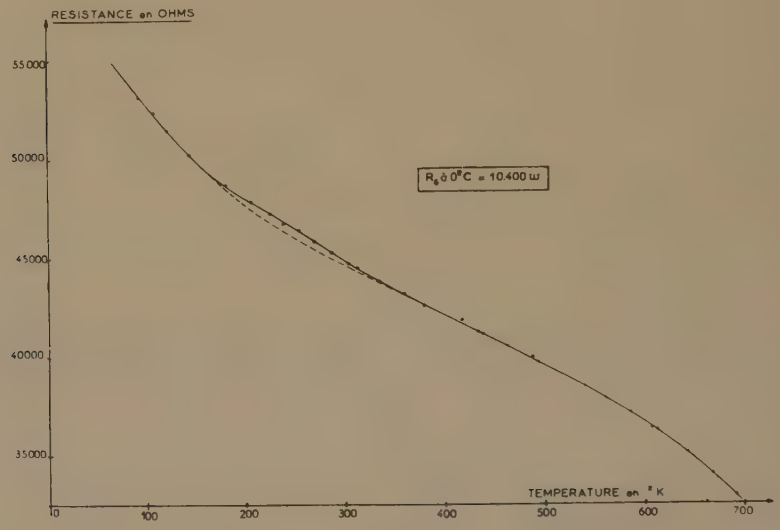


FIGURE 13

EN RÉSUMÉ.

Après recuit des films minces de nickel évaporés sous vide, on obtient deux types de dépôts :

a) des couches dont le coefficient de température est positif mais qui diminue avec l'épaisseur pour s'annuler vers 20 angströms. La variation de leur résistivité présente 2 points particuliers qui sont les points de Curie ferro et paramagnétiques (1). Toutes ces couches d'épaisseur supérieures à 20 angströms sont ferromagnétiques.

b) en-dessous de 20 angströms, les lames ont un coefficient de température négatif. Leur caractéristique « résistivité, température » rappelle celle relative aux semiconducteurs. Nous verrons au chapitre V que l'épaisseur critique ainsi définie (20 angströms) tient au « fait expérimental » et que, dans des conditions qui seront précisées il est possible d'abaisser ce seuil.

---

(1) L'étude de l'effet Hall et de la magnétorésistance (chapitres III et IV) confirmera ce point de vue.

II,5. — NOTA.

Essentiellement dans le dessein de comparer les résultats auxquels me conduisait l'étude des dépôts de nickel, en particulier des plus épais, avec les propriétés du métal usuel et, bien que la courbe de variation thermique de la résistance du nickel massif ait déjà été donnée par plusieurs auteurs dont W. Gerlach [47, 48], Potter [103] et Néel [92], il m'a paru souhaitable de reprendre cette mesure pour le nickel que j'ai utilisé au cours de toutes ces recherches. Le fil qui a servi à cet effet a été étiré à partir du lingot de nickel spectroscopiquement pur provenant des établissements Johnson Matthey. (Le même nickel a fourni les anodes qui ont servi à la préparation des filaments d'évaporation des films). La pureté de ce métal est probablement supérieure à celle des différents « nickels » utilisés dans les études similaires entreprises antérieurement.

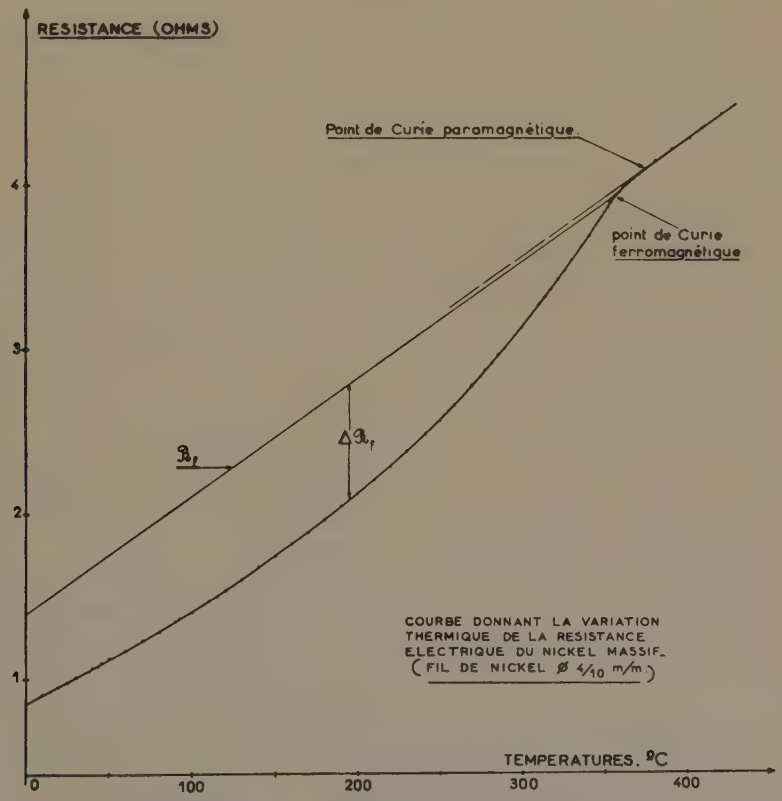


FIGURE 14

La courbe représentative de la variation de la résistance en fonction de la température est donnée par la figure 14. Elle a été obtenue en suivant la variation de la résistance d'un fil de nickel de 4/10e de mm, long de 189,15 mm. Le fil était enroulé sur un croisillon de mica sur une longueur de 25 mm. J'ai pris toutes les dispositions nécessaires afin que les fils de liaison aient une résistance parfaitement connue et que leur variation soit négligeable. Ces mesures sont effectuées à 2/100e près. Enfin je signalerai qu'une mesure effectuée à la température de l'azote liquide (77°K) m'a donné pour ce même fil de nickel une résistance de 0,070 ohm.

CHAPITRE III

EFFET HALL DES DÉPOTS MINCES DE NICKEL

L'effet Hall des ferromagnétiques dépend étroitement de leur aimantation spontanée [64, 65, 102, 103, 108]. Il était donc intéressant de compléter les études de conductibilité des dépôts de nickel par celles de l'effet Hall. Cette méthode est très sensible et permet d'étudier en détail le processus d'aimantation des lames [39, 40] ; elle est donc particulièrement adaptée à l'étude des couches d'épaisseurs inférieures à 100 angströms, dont l'aimantation décroît très rapidement.

Il est maintenant bien établi que la force électromotrice de Hall des ferromagnétiques est proportionnelle à l'intensité d'aimantation, or cette grandeur n'est pas directement accessible à la mesure c'est l'induction magnétique qui est facilement mesurable. Pour échapper à cette contradiction Pugh suggéra de formuler le champ de Hall e_H, sous la forme d'une expression linéaire du champ appliqué H_0 et de l'aimantation I qui fait intervenir deux constantes :

$$e_H = R_0 H_0 + R_1 I$$

Cette formule décrit le phénomène avec exactitude.

J'ai pu mesurer avec une bonne précision les constantes de Hall R_0 (ordinaire) et R_1 (extraordinaire) des couches de nickel. La première R_0, constante de champ, est très faible et ne peut être détectée qu'aux champs élevés lorsque l'échantillon est saturé magnétiquement. Quant à R_1 (constante d'aimantation) elle est en valeur absolue très supérieure à R_0. Comme

pour le nickel massif, R_0 et R_1 ont été trouvées négatives, or on sait que les constantes de Hall sont fonction de la densité cubique des porteurs de charges mobiles : dans le cas des lames minces de nickel, nous avons affaire à une conductibilité électronique.

Peu de travaux ont été entrepris concernant l'effet Hall des dépôts de nickel : Coren et Juretschke (1) [29], Reimer [113] ont mesuré ce phénomène, les premiers sur des lames d'épaisseurs comprises entre 20 et 100 angströms et à la température ambiante ; le second dans une gamme plus étendue d'épaisseurs en s'attachant à l'étude qualitative de l'influence de la température du support pendant l'évaporation sur la grandeur du phénomène. Dans ce chapitre je rapporte les résultats que j'ai obtenus concernant la mesure de la tension de Hall en fonction du champ appliqué, de l'épaisseur et de la température [53, 54, 25] ainsi que ceux relatifs aux constantes R_0 et R_1 [55, 27].

TECHNIQUE EXPERIMENTALE

Ces mesures ont été effectuées dans un vide de l'ordre de 2.10^{-6} mm de mercure. Le champ magnétique peut varier de 30 œrsteds à 25 000 œrsteds et est disposé perpendiculairement au plan de la lame. L'effet Hall du nickel est relativement faible, il est donc difficilement mesurable en courant continu compte tenu de la densité de courant d'alimentation admissible dans la lame : j'ai adopté une méthode de mesure en courant alternatif sinusoïdal qui m'a permis d'amplifier et par là même d'obtenir une grande précision dans les mesures.

Le courant d'alimentation longitudinal est alternatif, sa fréquence peut varier de 20 à 10 000 hertz. Un transformateur est intercalé entre l'oscillateur et la lame afin de l'isoler de la masse et que, quelque soit son impédance, elle soit adaptée à celle du générateur ; à cet effet, le secondaire du transformateur a été prévu avec une gamme de « rapports » qui permet dans une large mesure d'obtenir cette adaptation quelque soit l'épaisseur de la lame (donc quelque soit sa résistance comprise entre quelques ohms et quelques dizaines de milliers d'ohms).

---

(1) Coren et Juretschke ont étudié des lames obtenues par évoporation thermique suivant la technique de production des films métalliques minces exposée par Crittenden et Hoffman [30]. Leurs dépôts revêtus d'une couche de SiO ont sans doute été recuits à 275°C pendant 4 heures ; il faut également noter que ces lames ont été produites en présence d'un champ électrique puisqu'il est précisé qu'un courant circulait dans les films pendant l'évaporation.

Reimer donne très peu de renseignements sur sa méthode d'évaporation. On sait seulement que le support de condensation est une lame de verre portée à différentes températures pendant l'évaporation.

La tension de Hall est recueillie aux bornes de deux sondes latérales ; or il est nécessaire qu'en l'absence de champ magnétique la tension résiduelle soit nulle, ce qui pratiquement est irréalisable puisque cela exige que les deux sondes de Hall soient placées sur une même ligne équipotentielle. Il existe donc une tension résiduelle V_0. Cette tension est mise en série avec une tension compensatrice V_1 produite par un système compensateur, du type proposé par M. Colombani [17]. Le montage déphaseur, schématisé fig. 15 permet de faire varier indépendamment l'une de l'autre, l'intensité et la phase, il permet donc d'amener V_1 en opposition d'amplitude et de phase avec V_0 et d'avoir une tension résultante pratiquement nulle. Seule la force électromotrice de Hall, créée par l'action du champ magnétique est alors amplifiée et lue finalement sur un millivoltmètre électronique.

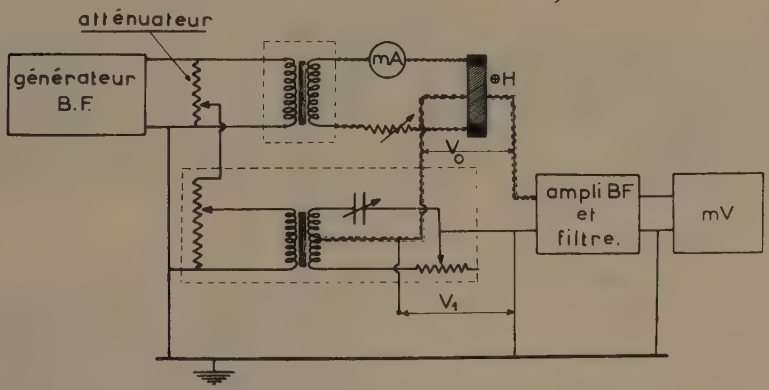


FIGURE 15

Cette méthode a en outre l'avantage de permettre de refaire un « zéro » fictif pour une valeur quelconque du champ magnétique. En utilisait alors l'amplificateur au maximum de sa sensibilité, il est possible de mesurer les variations de l'effet Hall à partir de cette nouvelle origine. Pour les très petites variations on peut alors utiliser des échelles du voltmètre de sensibilité beaucoup plus grande ce qui permet une appréciable amélioration de la précision des mesures. J'ai ainsi pu mesurer avec facilité l'effet Hall des dépôts de nickel dans la région de saturation. La sensibilité de ce montage est limitée par le bruit de fond d'entrée de l'amplificateur : grâce à l'utilisation d'un filtre sélectif, ce bruit de fond reste toujours inférieur à 1 microvolt ; le minimum de tension mesurable est de l'ordre de 1,5 à 2 microvolts. Compte tenu des intensités admissibles dans les lames, pour la plupart des épaisseurs, je pouvais faire débuter les mesures à partir d'un champ d'une vingtaine d'œrsteds environ.

Causes d'erreurs :

1°) On sait que le phénomène de Hall n'est qu'un aspect du processus beaucoup plus général, parfaitement décrit par les équations de Meixner [66], qui prend en considération les phénomènes électriques, thermiques et thermoélectriques qui ont lieu dans un milieu conducteur quelconque. Dans ces relations interviennent quatre paramètres fondamentaux (conductibilités électrique et thermique, potentiel thermoélectrique associé au gradient de température, coefficient de Peltier) qui, en présence d'un champ magnétique, sont influencés de telle sorte que trois « composantes » sont nécessaires pour définir chacun d'eux sans ambiguïté. Ces trois composantes correspondent aux quantités mesurées dans les trois positions relatives que peuvent prendre le champ et le courant et donnent lieu à l'ensemble des phénomènes connus sous le nom d'effets magnéto-galvaniques [11, 66]. Or tous ces paramètres sont intimement dépendants : la mesure de l'un d'eux est toujours influencée par la présence d'un autre effet.

Dans le cas qui nous préoccupe, c'est l'effet Hall isotherme qui est l'objet des mesures, la différence de potentiel de Hall est mesurée entre deux sondes latérales ; or entre ces deux points apparaît une différence de température (effet Ettingshausen) créant une différence de potentiel thermoélectrique qui peut perturber les mesures.

Dans les conditions expérimentales dans lesquelles nous avons opéré cette force électromotrice thermoélectrique est négligeable (2). D'autre part:

a) les sondes et les lames ont été évaporées simultanément (même matériau, même structure) ;

b) les films et les sondes sont déposés sur une lame de pyrex dont la masse est considérable par rapport à celle du film : son « inertie thermique » en fait un thermostat efficace.

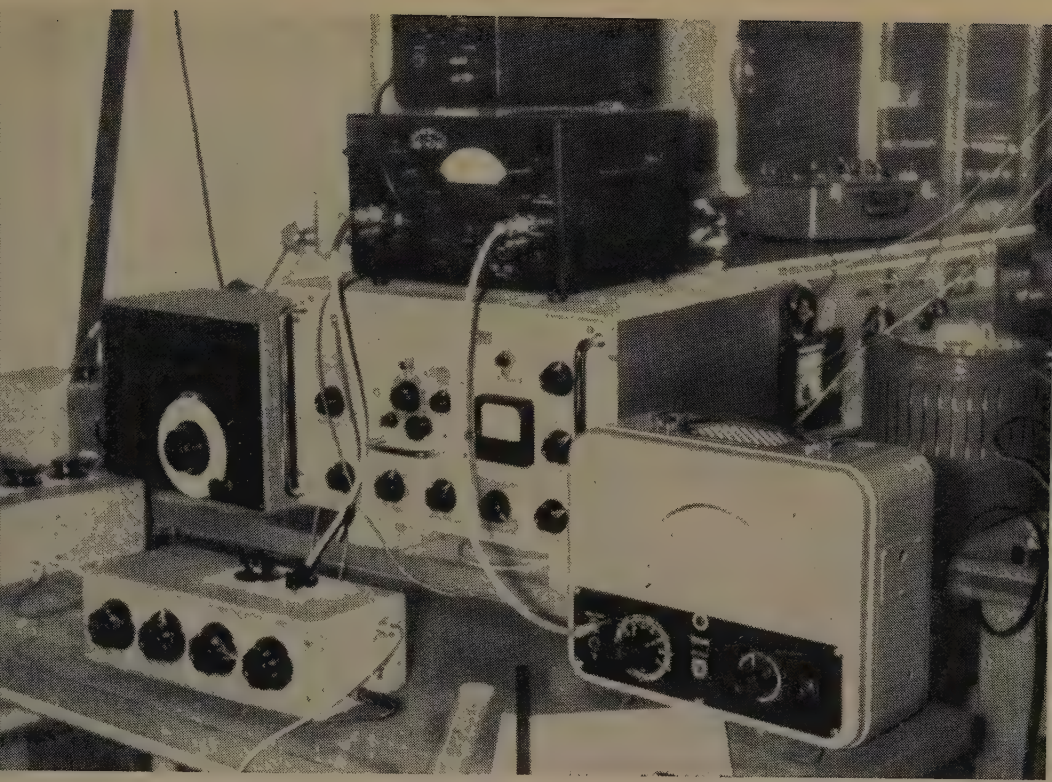
c) enfin les mesures sont faites en courant alternatif, ce qui permet d'éviter ou d'éliminer l'ensemble des autres causes d'erreur qui pourraient s'introduire au cours de ces mesures.

---

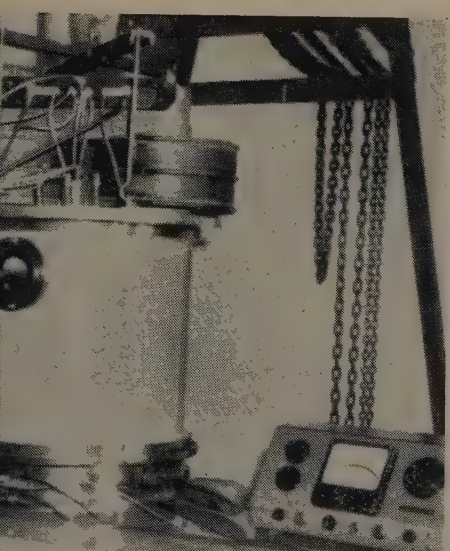
(2) L'effet Ettingshausen est défini par la formule :

$$G_y = A_E J_x B_z$$

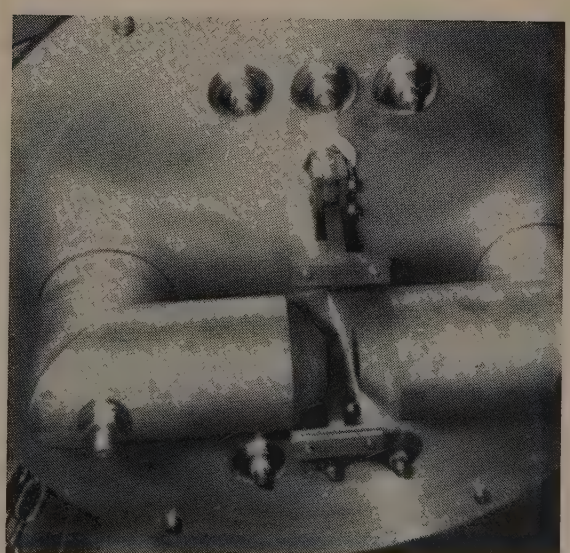
où le gradient de température (négatif) G_y s'exprime en fonction de la densité de courant J_x et de l'induction dans la substance B_z (les indices correspondant aux directions du trièdre orthogonal classique). Or, pour le nickel, le coefficient d'Ettingshausen A_E est de l'ordre de 10^{-3} cm.deg./A.g.; pour les densités de courant J_x couramment utilisées dans ces mesures et une induction de 10^4 gauss, on aurait un gradient de température compris entre 1/10 et 1/20 de degré.



Circuits de mesure de l'effet Hall
et de la magnétorésistance



ctro-aimant dans
aceinte à vide



Electro-aimant
vu de dessous

2°) *Dimension de la lame :*

Les lignes de courant doivent être parallèles et uniformément réparties dans la lame. Ceci est pratiquement réalisé si elle est suffisamment longue. J'ai adopté un rapport « longueur/largeur » égal à 4, rapport pour lequel les nombreuses mesures faites par les physiciens du laboratoire [21, 22], et confirmées par ailleurs [63, 43] ont montré que la différence de potentiel mesurée était égale (à quelques millièmes près) à celle que l'on obtiendrait sur un conducteur de longueur infinie.

3°) *Le champ magnétique :*

Les mesures sont effectuées dans un électroaimant dont l'entrefer est de 6 mm. Si l'on tient compte que dans cet espace doit être placé le dépôt étudié et l'appareillage nécessaire pour faire varier sa température, il n'est pas possible d'envisager la mesure de l'induction en présence de l'échantillon. J'ai dû étalonner ce champ préalablement aux mesures ainsi qu'il a été dit et c'est cette valeur du champ qui est portée en abscisse sur toutes les courbes. On sait cependant que la composante de l'induction suivant la normale au plan de la lame est identique des deux côtés de la surface : dans le cas présent le champ extérieur se confond avec la composante normale de l'induction. L'erreur qui s'introduit par « l'effet image » dû à la présence du dépôt ferromagnétique dans l'entrefer est négligeable. Les mesures auxquelles je me suis livré pour mettre en évidence l'influence de l'introduction de la lame ferromagnétique dans l'entrefer sur la valeur du champ ont toutes été négatives. C'est que l'épaisseur de l'échantillon ainsi introduit dans l'entrefer est négligeable devant la longueur de celui-ci même pour les films les plus épais et ne modifie en rien la distance entre les pièces polaires.

Remarque. — Le champ magnétique appliqué est normal au plan de la lame ferromagnétique, il provoque l'apparition d'un champ démagnétisant : le champ agissant dans la lame est la somme géométrique des deux précédents. On étudiera dans chaque cas particulier le processus d'aimantation auquel cela conduit.

4°) Enfin une autre cause d'erreur provient de la position de la lame dans l'entrefer. L'effet que je me propose d'étudier exige qu'elle soit rigoureusement normale à la direction des lignes de force du champ. Le mode de fixation que j'ai utilisé permet d'affirmer que cette condition est remplie à $\pm$ 2° près. Il va de soi que l'erreur qu'entraîne une telle inclinaison est sans importance. C'est en effet la composante normale du champ qui intervient.

RESULTATS EXPERIMENTAUX

Je signalerai d'abord que j'ai procédé à quelques vérifications qui m'ont montré :

a) que pour chaque épaisseur étudiée, l'effet Hall n'est pas modifié lorsque la fréquence du courant d'alimentation varie de quelques hertz à quelques milliers.

b) que quelque soit l'épaisseur, l'effet Hall est directement proportionnel au courant d'alimentation aussi longtemps que celui-ci n'échauffe pas la lame.

c) qu'aucun phénomène d'hystérèse n'apparaît dans la limite de la précision de mes mesures. D'ailleurs le champ démagnétisant est très élevé.

III,1. — EFFET HALL EN FONCTION DU CHAMP A LA TEMPERATURE AMBIANTE.

Les résultats auxquels je suis parvenu m'ont conduit à considérer trois domaines d'épaisseurs pour lesquels les propriétés des dépôts sont bien différenciées. Je les examinerai successivement.

A). — Epaisseurs supérieures à 180 angströms :

Les courbes qui traduisent nos résultats sont données fig. 16. Je fais croître le champ à zéro à sa valeur maximum : on voit que la tension E_H croît d'abord très rapidement suivant une loi qui rappelle celle qui régit pour une substance ferromagnétique la variation de l'aimantation avec le champ ; puis au-dessus de 6 000 œrsteds environ E_H présente une croissance rigoureusement linéaire avec une faible pente.

La première partie de la courbe semble mettre en évidence l'existence de domaines. En effet l'interprétation classique de la courbe d'aimantation à partir de la théorie des domaines conduit à y distinguer trois régions nettement caractérisées. Ces régions correspondent dans les champs relativement faibles à un déplacement réversible des parois, puis à des déplacements irréversibles de ces mêmes parois dans les champs moyens, enfin après le « coude » de la courbe à une rotation réversible des domaines. Dans le cas du nickel pur massif, ces trois régions apparaissent dans l'intervalle (0-2) œrsteds.

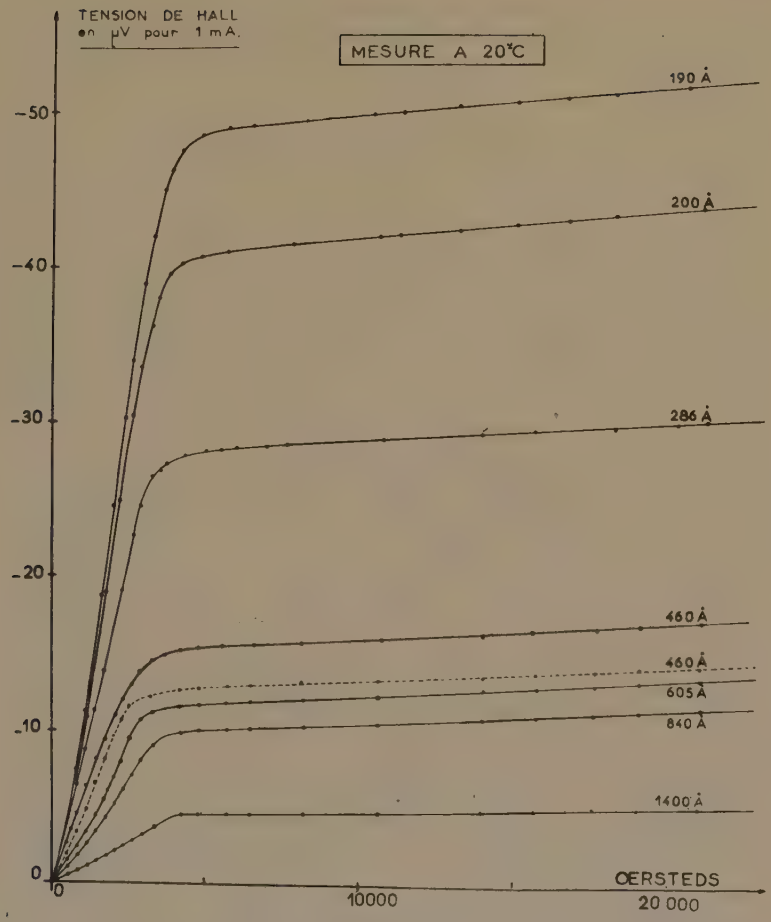


FIGURE 16

Ces trois « temps » du processus d'aimantation des lames peuvent être mis en évidence sur les courbes représentant la tension de Hall des dépôts de nickel d'épaisseur supérieure à 180 angströms. On sait en effet que l'effet Hall des ferromagnétiques est la résultante des effets spontanés existant dans tout les domaines: en l'absence de champ appliqué l'effet apparent est nul. Lorsqu'on applique un champ magnétique, il est bien évident que l'on doit observer une variation de l'effet Hall en fonction du champ appliqué d'allure semblable à la courbe I = f (H). Cependant, la valeur élevée du champ démagnétisant nécessite un champ appliqué de l'ordre de 5 000 œrsteds pour obtenir la saturation.

Admettons, en première approximation, que pour les épaisseurs envi-

sagées, la configuration des domaines est celle (fig. 17 a) proposées par C. Kittel [72] (outre des domaines antiparallèles aimantés perpendiculairement au plan du film elle comporte des domaines de fermeture parallèles à la surface de la lame). Le champ H réel à l'intérieur de la lame de nickel est la différence en chaque point entre le champ appliqué H_0 et la résultante des champs démagnétisants. Lorsque l'on fait croître le champ dans l'entrefer, le champ H à l'intérieur du dépôt est d'autant plus différent de H_0 que le champ démagnétisant est important (vis-à-vis de H_0) : or la « quantité et le volume » des domaines parallèles au champ croît avec le champ appliqué au détriment de l'autre orientation (antiparallèle) entraînant une augmentation du champ démagnétisant. A la saturation tous les domaines sont orientés dans le même sens, perpendiculairement au plan de la lame : le champ H est alors négligeable devant le champ démagnétisant.

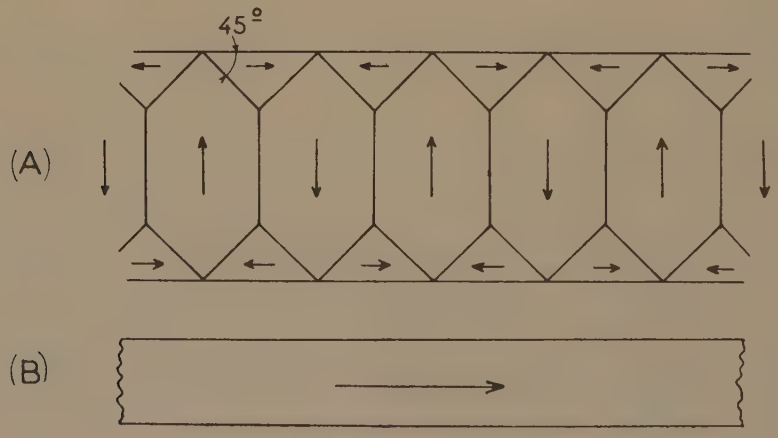


FIGURE 17

Enfin signalons que l'établissement de l'aimantation à saturation est rendue difficile à cause de la viscosité magnétique très importante due au fait que l'on a affaire à des lames minces de nickel (3) : leur faible épais-

(3) Selon Kittel, il ne peut plus se former de parois en dessous de 1 000 angströms environ. Pour les épaisseurs inférieures on aurait affaire à un domaine unique plan aimanté parallèlement à sa surface.

Cependant L. Néel a montré que dans le cas des lames minces on pouvait avoir une structure en domaines beaucoup plus « fine » que dans le métal massif et que les lames même très inférieures à l'épaisseur « critique » définie par Kittel étaient encore constituées de domaines.

Enfin, les mesures de magnétorésistance que je décris au chapitre IV permettent de conclure à l'existence de domaines même pour les épaisseurs de l'ordre de 50 à 100 angströms. En effet, on met encore en évidence des cycles montrant l'hystérésis des magnétorésistances longitudinale et transversale.

seur rend malaisé le déplacement des parois de Bloch et limite considérablement la possibilité de rotation des domaines jusqu'à la perpendicularité au plan de la lame. Ce phénomène devient de plus en plus marqué quand l'épaisseur diminue.

En outre, on verra au chapitre suivant que l'application d'un champ magnétique perpendiculairement au plan d'une lame de nickel entraîne une diminution de la résistivité de cette lame. Il est évident dès lors que la différence de potentiel aux sondes de Hall diminue et d'autant plus que la magnétorésistance sera plus importante.

Les deux considérations que l'on vient d'exposer ont leur origine dans le processus d'aimantation ; l'une et l'autre contribuent à donner aux courbes de Hall la concavité que l'on sait : en effet, dans le premier cas, le champ démagnétisant qui apparaît avec le champ appliqué tend à diminuer le champ agissant (contraction le long de l'axe des abscisses) tandis que la magnétorésistance introduit une diminution de tension de Hall d'autant plus importante que le champ appliqué est élevé (contraction le long de l'axe des ordonnés). Pour les champs très faibles, le champ vrai dans les dépôts est pratiquement égal au champ appliqué, aussi la pente à l'origine β_0 des courbes de Hall a-t-elle une signification précise. La tension de Hall E_H est en effet directement proportionnelle à l'aimantation : le rapport E_H/H est proportionnel au rapport I/H c'est-à-dire à la susceptibilité (ou la perméabilité) magnétique du dépôt de nickel. Le coefficient de proportionnalité dépend de l'épaisseur.

J'ai tracé figure 18 la courbe donnant β_0 en fonction de e (en angströms), pour les épaisseurs qui nous intéressent ici, on voit que β_0 croît lentement quand l'épaisseur décroît alors que le produit de β_0 par l'épaisseur varie linéairement (fig. 19).

En poursuivant l'analyse des courbes, on constate que les « coudes » sont très nets. Ils s'arrondissent d'ailleurs progressivement à mesure que l'épaisseur décroît ce qui traduit une difficulté croissante de la rotation des domaines. D'autre part, l'induction nécessaire pour obtenir la saturation (c'est-à-dire le champ à partir duquel on a une variation rigoureusement linéaire de la tension de Hall), reste nettement inférieure à celle qui correspond au nickel usuel pour lequel elle est de l'ordre de 6 084 gauss. Pour les lames étudiées elle est de 4 400 gauss, au-dessus de 750 angströms. environ puis croît quand l'épaisseur diminue pour atteindre 5 300 gauss pour 200 angströms. Ces faits indiquent que pour la zone d'épaisseur envisagée l'axe perpendiculaire au dépôt est un axe de facile aimantation.

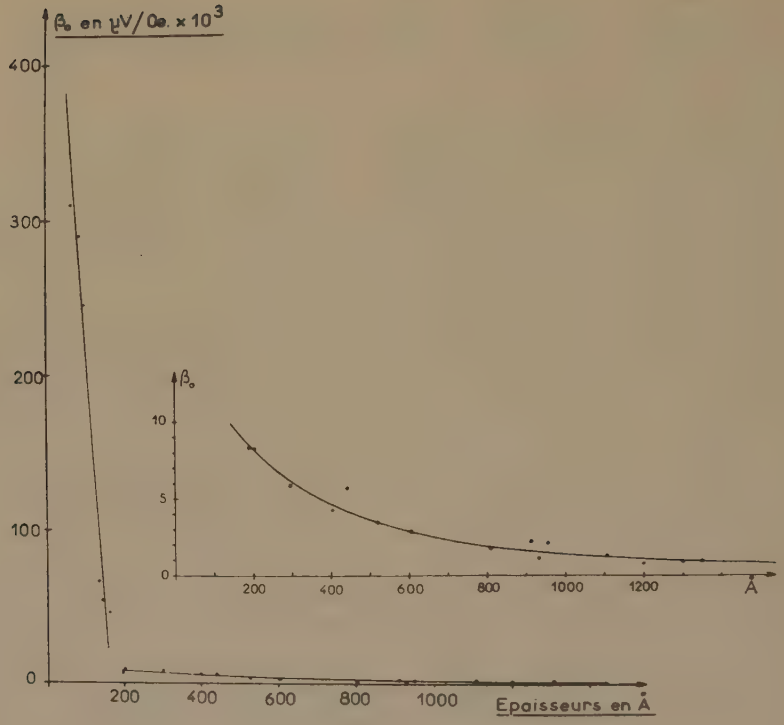


FIGURE 18

B. — Epaisseurs inférieures à 100 angströms :

L'axe perpendiculaire au dépôt devient un axe de difficile aimantation ainsi que le montrent les courbes de Hall (fig. 20). En effet, les coudes de ces courbes s'arrondissent de plus en plus quand l'épaisseur décroît tandis que l'induction nécessaire à la saturation augmente dans de grandes proportions : c'est ainsi que s'il faut 7 000 gauss pour obtenir la saturation à 135 angströms, il en faut 10 500 vers 100 angströms pour atteindre environ 17 000 vers 30-40 angströms.

Les courbes ne présentent plus de points d'inflexion, elles sont placées à droite de la tangente à l'origine dont la pente devient très importante.

Il semble que l'aimantation de ces lames se trouve être parallèle au plan de la couche (fig. 17b) sans pouvoir s'en écarter d'une façon appréciable. Seule varie dans ce cas la composante normale du champ dans la lame.

De même que pour les lames épaisses j'ai tracé la courbe représentative de la variation de β_0 avec l'épaisseur (fig. 18) ainsi que celle du produit

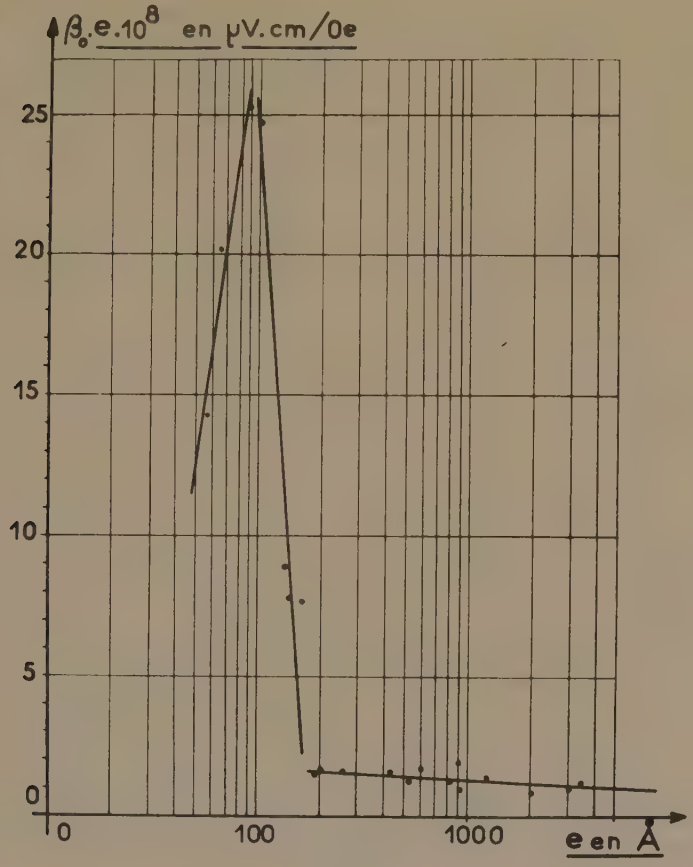


FIGURE 19

$\beta_0 e$ en fonction de l'épaisseur (fig. 19), l'une et l'autre montrent une variation linéaire de β_0 et β_0 e en fonction de e au-dessous de 160 angströms environ. Pour cette épaisseur se produit une « cassure » pour chacune des deux courbes qui montrent que l'on a affaire à deux phénomènes différents.

Enfin, ces deux zones A et B sont séparées par une zone de transition (entre 180 et 100 angströms) qui séparent les deux types d'aimantation bien caractérisés que je viens de décrire.

C. — En-dessous de 25 angströms environ :

Pour ces épaisseurs très faibles les interactions avec le support deviennent de plus en plus importantes perturbant, parfois profondément, la nature propre du phénomène dû au dépôt de nickel lui-même. L'importance relative des premières couches atomiques en contact avec le support va croissante ; la structure des dépôts est de moins en moins bien définie tandis qu'apparaît la porosité. Des phénomènes négligeables pour des lames plus épaisses deviennent très influents (effet de scintillation, effet tunnel, etc...) [98].

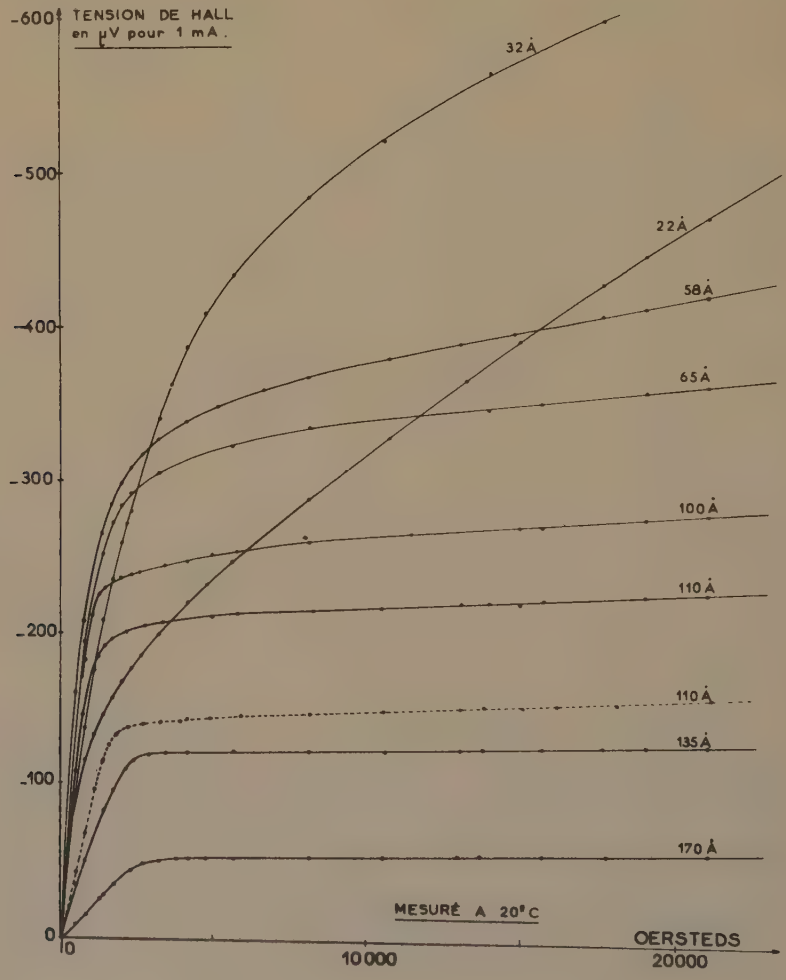


FIGURE 20

Pour les résistances superficielles inférieures à une centaine d'Ohms (au-dessous de 30 angströms environ) on constate un affaissement des courbes de Hall : la tension de Hall pour un champ donné décroît quand l'épaisseur diminue ; on a ainsi pu mesurer des lames dont l'effet présentait des écarts très importants par rapport à ceux qu'on aurait dû observer compte tenu de leur épaisseur. De même on a pu déceler des changements du signe de l'effet Hall, à la température ambiante (fig. 21), sur deux lames qui par ailleurs se comportaient normalement au point de vue conductibilité électrique.

J'ai pu vérifier que ces anomalies n'étaient pas dues à des phénomènes parasites tels que l'oxydation par exemple mais tenaient à la structure propre de la lame (voir chapitre V).

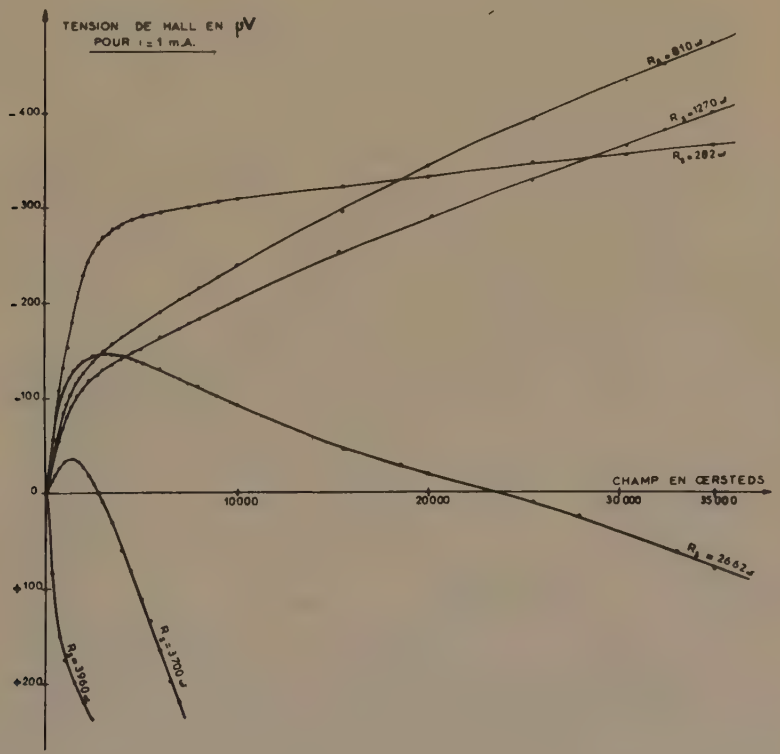


FIGURE 21

Remarque. — A la suite de cette première étude on peut construire le réseau donnant la tension de Hall en fonction de l'épaisseur pour diverses

valeurs du champ (fig. 22) : à la température ambiante, on constate, un maximum très net de la tension de Hall. Ce maximum se déplace en décroissant, lorsque le champ considéré diminue, vers les fortes épaisseurs.

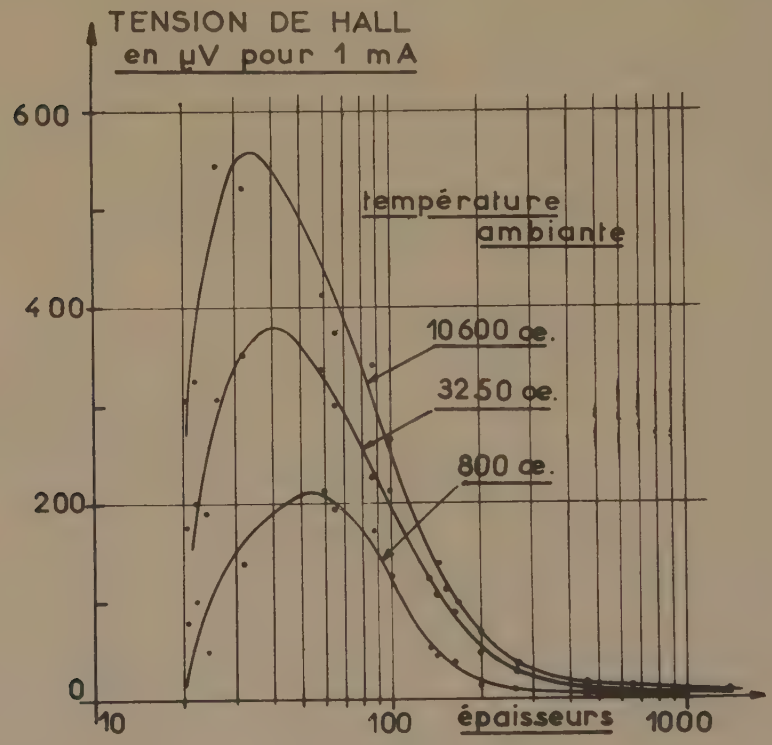


FIGURE 22

On note qu'on est conduit aux mêmes conclusions qu'au sujet de la variation de β_0 avec l'épaisseur.

Pour mémoire, je signalerai que j'ai étudié l'influence de l'air adsorbé sur les propriétés des dépôts de nickel.

— d'abord, l'effet Hall, toutes choses égales, est beaucoup plus important lorsqu'il est mesuré sous vide que lorsqu'il est mesuré dans l'air (courbes en tirets sur les réseaux) (fig. 16 et 20).

— ensuite les pentes à l'origine sont plus grandes mesurées sous vide que dans l'air.

Ceci montre que les propriétés magnétiques sont fortement influencées par les adsorptions de gaz ce qui justifie une fois encore l'ensemble des précautions que l'on a prises au cours de ce travail.

III,2. — ETUDE DE L'EFFET HALL EN FONCTION DE LA TEMPERATURE.

Les données expérimentales ont été exposées, je m'attacherai aux résultats proprement dits ; ils ont trait à l'intervalle de température 20°-400°C. Sur les réseaux des figures 23, 24 et 25 je donne les isothermes de l'effet Hall ; je n'indique que celles relatives à des épaisseurs caractéristiques.

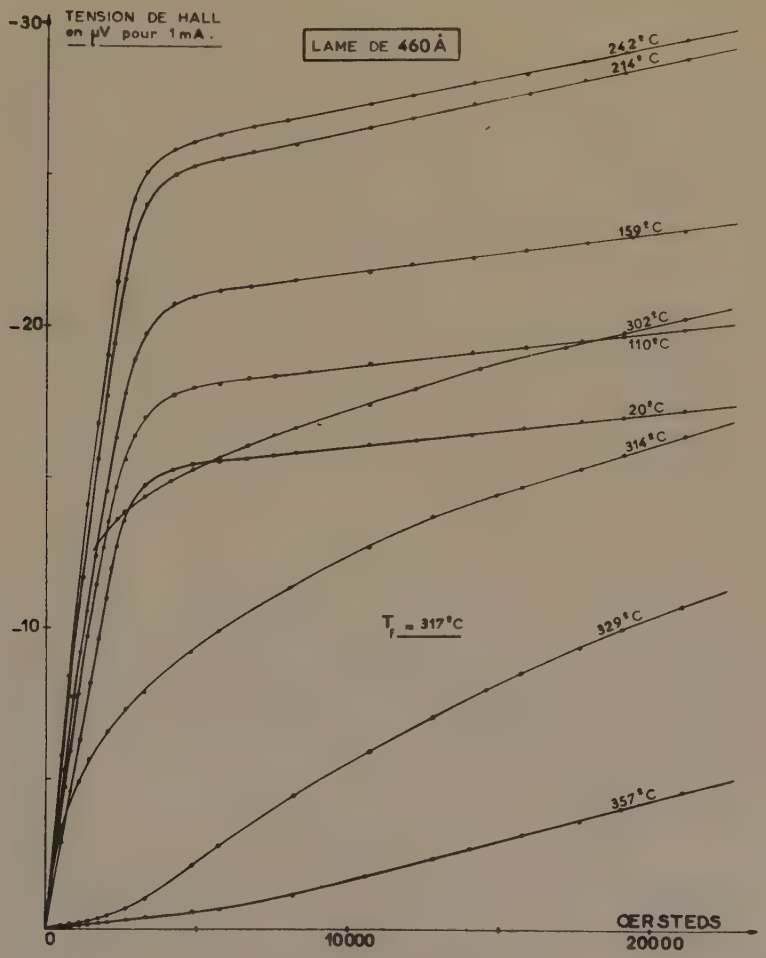


FIGURE 23

A. — Les lames de nickel les plus minces (épaisseurs inférieures à 100 angströms) présentent une variation très simple du phénomène : les isothermes s'abaissent progressivement quand la température s'élève à partir de l'ambiante. Leur allure s'accorde bien avec l'existence du point de Curie ferromagnétique tel qu'on l'a défini antérieurement. En effet pour la lame de 58 angströms par exemple on voit qu'à partir de 193°C la partie de la courbe d'allure hyperbolique se développe alors que la partie rectiligne disparaît à peu près complètement, or j'ai déterminé la présence du point de Curie T_f à 195°C par l'étude de l'évolution thermique de la conductibilité électrique.

B. — Pour les lames d'épaisseurs supérieures à 100 angströms : le phénomène est un peu plus complexe. Il est en fait, qualitativement, absolument semblable à celui observé sur le nickel usuel [122]. En faisant croître la température à partir de l'ambiante, on constate initialement un accroissement de l'effet Hall. La pente à l'origine croît également. Ce n'est qu'ensuite que l'intensité du phénomène diminue rapidement tandis que l'allure des isothermes évolue comme dans le cas des lames de plus faibles épaisseurs c'est-à-dire en laissant apparaître une branche d'allure hyperbolique de plus en plus prépondérante. La pente à l'origine β_0 chute brutalement une fois le point de Curie T_f dépassé.

— L'induction nécessaire pour obtenir la saturation complète du phénomène croît pour une épaisseur donnée avec la température. On voit que lorsqu'on approche de la température T_f de Curie la séparation que nous avons faite entre l'effet dû à l'aimantation et celui dû au champ est de plus en plus difficile à observer. Cette difficulté se répercute dans la détermination des constantes de Hall au voisinage de cette température.

J'ai tracé pour chaque épaisseur la variation β_0 avec la température. Les réseaux sont représentés figures 26 et 27. Pour les lames épaisses ces courbes ont une certaine ressemblance avec celle qui représente la variation de la perméabilité initiale [10] du nickel massif avec la température. Cette constatation accentue encore le rapprochement que j'ai déjà tenté entre β_0 et la perméabilité initiale des lames.

Remarque :

Pour quelques lames d'épaisseurs d'ailleurs très différentes (84, 155, 665, 900 et 1 200 angströms) j'ai obtenu des tensions de Hall beaucoup plus élevées, à épaisseur égale (de 50 à 100 % plus fortes) que pour l'ensemble des lames mesurées. D'autre part l'étude de leur pente à l'origine β_0

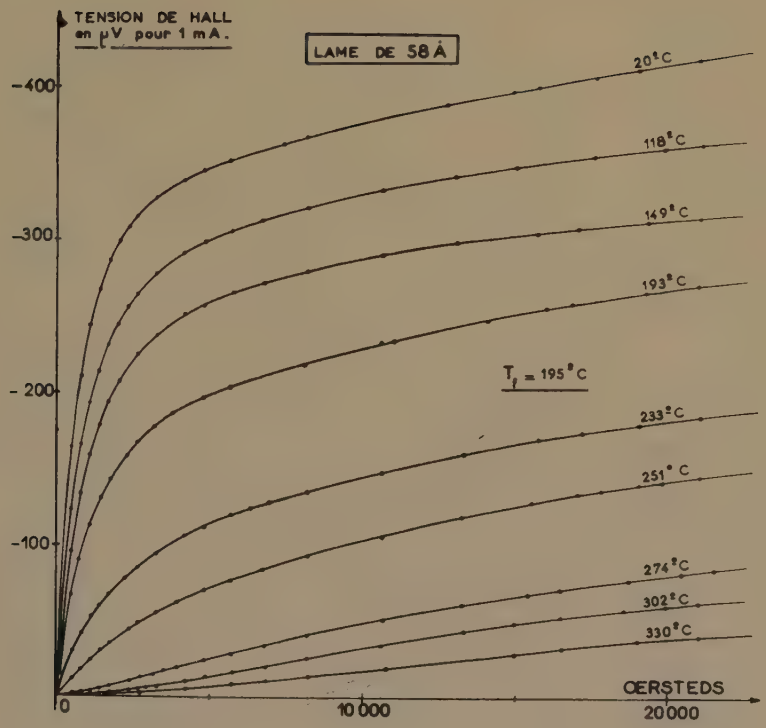


FIGURE 24.

en fonction de la température révèle une variation tout à fait comparable à la variation de la perméabilité du métal usuel avec la température. Il semble que l'on ait dans ces cas obtenu tout à fait par hasard une structure cristalline pratiquement identique à celle de l'état massif.

Ceci montre que, malgré les précautions prises et particulièrement malgré le long recuit que l'on fait subir aux lames, la « structure cristalline d'ensemble » des dépôts étudiés est encore différente de celle (très compacte) du nickel usuel et que les tensions de Hall que j'ai mesurées sont nettement inférieures, en valeurs absolues, à celles que l'on devrait mesurer pour les épaisseurs considérées si l'état cristallin était celui du nickel « massif ».

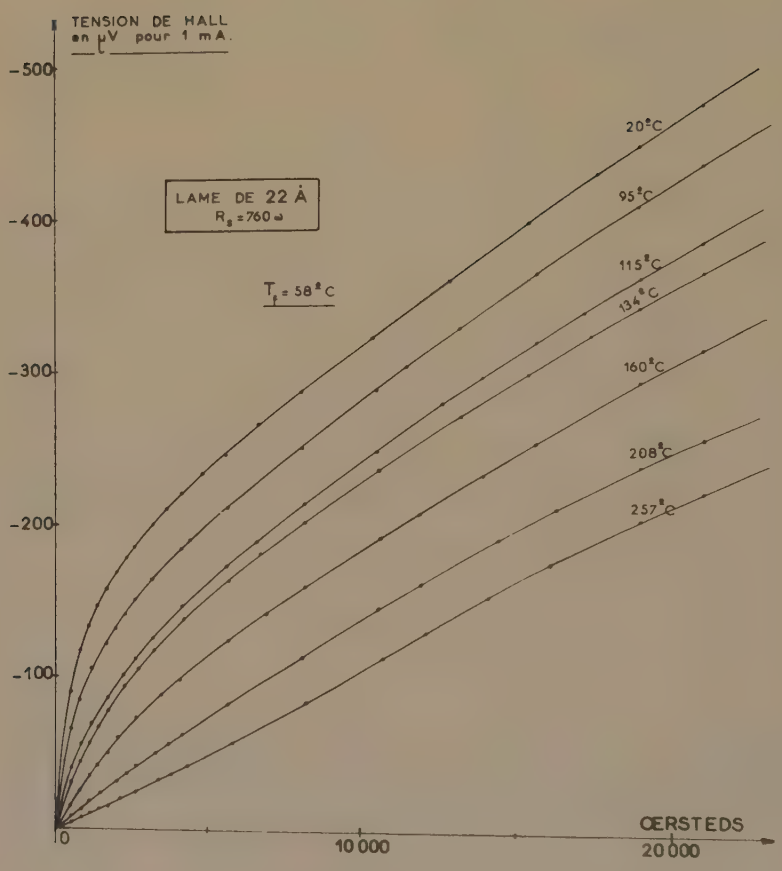

TENSION DE HALL
en μV pour 1 mA.
-500
-400
-300
-200
-100
LAME DE 22 Å
R_s = 760 Ω
T_f = 58° C
20° C
95° C
115° C
134° C
160° C
208° C
257° C
0
10 000
20 000
ŒRSTEDS

FIGURE 25

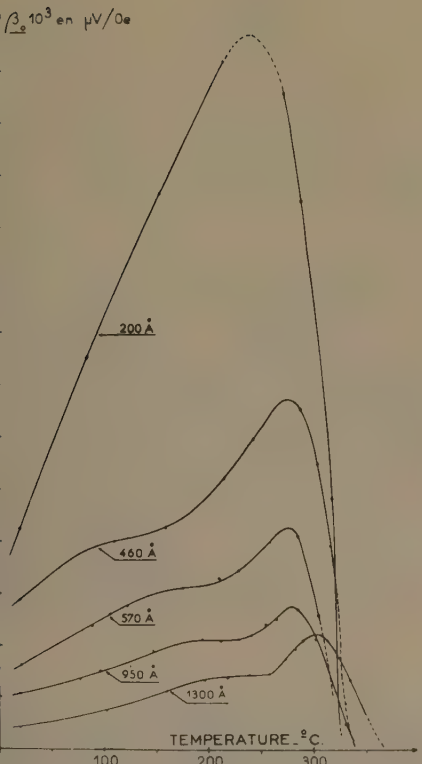


FIGURE 26

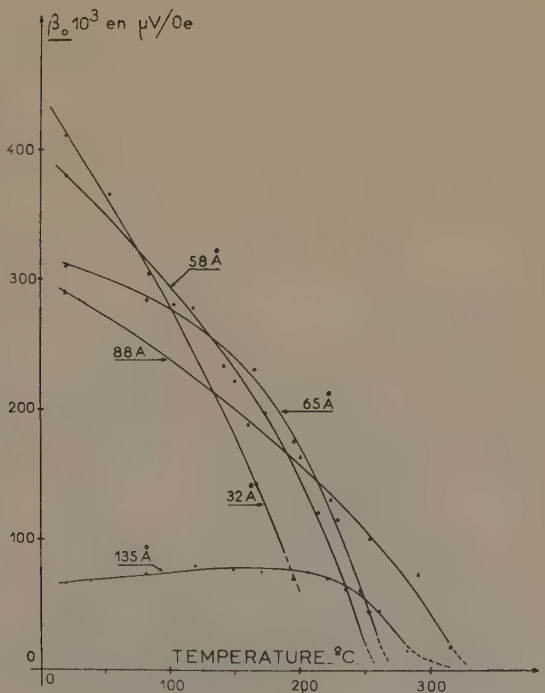


FIGURE 27

III,3. — DES CONSTANTES DE HALL.

A partir des résultats expérimentaux que je viens d'exposer j'ai pu déduire des renseignements relatifs aux constantes de Hall R_0 et R_1.

Pour mémoire je vais d'abord rappeler les propriétés des courbes de Hall et montrer que par des constructions élémentaires il est possible de déduire les propriétés magnétiques des lames de nickel et par suite de déterminer R_1.

On sait que si l'on utilise, pour interpréter les caractéristiques anormales de l'effet Hall des ferromagnétiques, au lieu du champ extérieur H_0, le champ H « effectif » à l'intérieur de la substance, l'effet Hall des ferromagnétiques a un comportement comparable à celui des autres métaux. G.-H. Wannier [134] a montré que l'on pouvait écrire le champ effectif (uniforme) qui agit sur les électrons de conduction sous la forme :

$$H = H_0 + 4\ \pi\delta.I$$

dans laquelle I est l'aimantation « moyenne » de la substance, δ, un paramètre. La composante de ce champ due à l'aimantation s'écrit :

$$2\ \pi\ (1+p)\ I$$

où p est la « probabilité relative » qu'ont les électrons de conduction de « coïncider » avec les porteurs de moments magnétiques en l'absence d'une quelconque interaction entre eux. Ainsi $p \ll 1$ s'accorderait bien avec une valeur de δ de l'ordre de l'unité, mais nous verrons (expérimentalement) que δ dépend grandement de la température ; ce phénomène est indiscutable mais pour le moment inexpliqué [107, 125].

Tant que la saturation n'est pas atteinte, ce champ effectif produit en chaque point de la lame une force électromotrice de Hall qui diffère en grandeur et sens avec le point considéré. C'est la somme géométrique de ces tensions que l'on observe.

Dans la « définition » du phénomène de Hall e_H, i et H (champ de Hall, densité de courant dans le matériau et le champ magnétique) constituent un trièdre orthogonal direct. La constante de Hall s'exprime par la relation

$$R_0 = \frac{(e_H)_y}{H_z.i_x}$$

où les indices correspondant aux directions du trièdre classique.

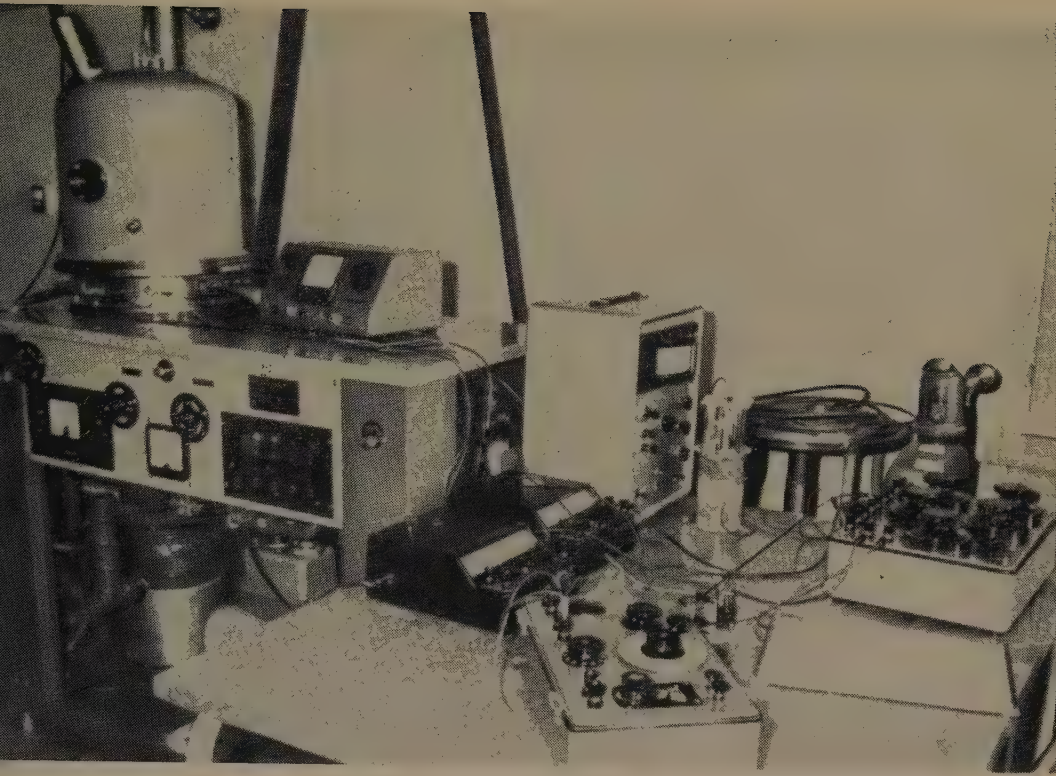
Le champ de Hall pour une densité de courant unitaire a donc pour expression :

$$e_H = \frac{(e_H)_y}{i_x} = R_0\ H_z = R_0\ (H_0 + 4\ \pi\delta.I)_z$$

expression que l'on peut écrire sous la forme désormais classique proposée par Pugh :

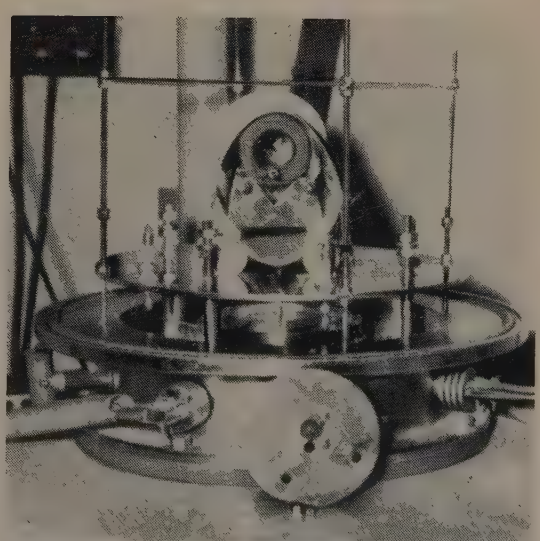
$$e_H = R_0\ H_{0_z} + R_1\ I_z \text{ avec : } R_1 = 4\ \pi\delta.R_0$$

où H_{0_z} et I_z sont les composantes normales au plan de la lame du champ



Groupe de pompage et dispositif
de mesure de la conductibilité
et de la température

sitif d'évaporation
ent — obturateur)



Four de recuit
(réflecteur enlevé)

appliqué et de l'aimantation. Pour séparer l'effet « anormal » on écrit :

$$e_H = R_0 \left[H_{0_z} + 2\pi (1 + p) I_z \right] + \left[R_1 - 2\pi (1 + p) R_0 \right] I_z$$

dans laquelle la quantité $R_1 - 2\pi (1 + p) R_0$ décrit exclusivement l'effet dû à l'aimantation.

Revenons au phénomène observé pour les épaisseurs supérieures à 200 angströms. — Sur la figure 28 on a représenté la courbe type indiquant la tension de Hall en fonction du champ magnétique dans l'entrefer. Au-dessus de la saturation on observe une variation rectiligne de la tension E_H avec le champ. En prolongeant cette droite, l'intersection avec l'axe E_H donne (aux unités près) la quantité $(R_1 - 4\pi R_0) I_s$ (en faisant $p = 1$ dans la formule précédente). A l'approche de la saturation, on a vu que I_s (qu'on peut alors confondre avec I_z) est très supérieur à H_z.

$$H_{0_z} \backsimeq 4\pi I_s, \quad e_H \backsimeq R_1 I_s = \frac{H_{0_z}}{4\pi} \cdot R_1 \text{ et la pente } \frac{de_H}{dH_{0_z}} \backsimeq \frac{R_1}{4\pi} .$$

L'intersection de la droite de pente $R_1/4\pi$ avec la droite « à saturation » donne en première approximation l'induction à saturation et donc I_s (ou I_z) l'aimantation spontanée normale au plan de la lame :

$$I_s = \frac{H_{0_z}}{4\pi}$$

Sans le cas précis qui nous occupe, j'ai pris pour droite de pente $R_1/4\pi$ passant par l'origine celle de pente β_m.

Pour les faibles épaisseurs, la droite passant par l'origine se détermine sans ambiguïté.

A partir des résultats expérimentaux précédents, en utilisant ces constructions, j'ai étudié le comportant de la composante (suivant la direction du champ appliqué) de l'aimantation spontanée des dépôts de nickel, à la température ambiante, en fonction de l'épaisseur. Les résultats sont représentés figure 29. On constate que là encore il faut distinguer entre deux domaines d'épaisseurs. Pour les plus fortes épaisseurs (supérieures à 200 angströms) I_z décroît lentement : de 335 cgs à 1 350 angströms, I_z passe à 270 cgs pour 200 angströms. En fait, d'après ce qui a été dit quant au processus d'aimantation de ces lames, il semble que ces valeurs représentent leur aimantation vraie. Les valeurs de I_z trouvées dans la gamme d'épaisseur inférieure à 100 angströms sont très faibles, elles se trouvent être très en dessous de la courbe d'aimantation vraie obtenue par extrapolation à partir des considérations ci-dessus. Ce fait confirme l'hypothèse selon laquelle l'aimantation de ces dépôts se trouverait dans le plan de la lame et dans l'impossibilité d'en sortir complètement. Enfin

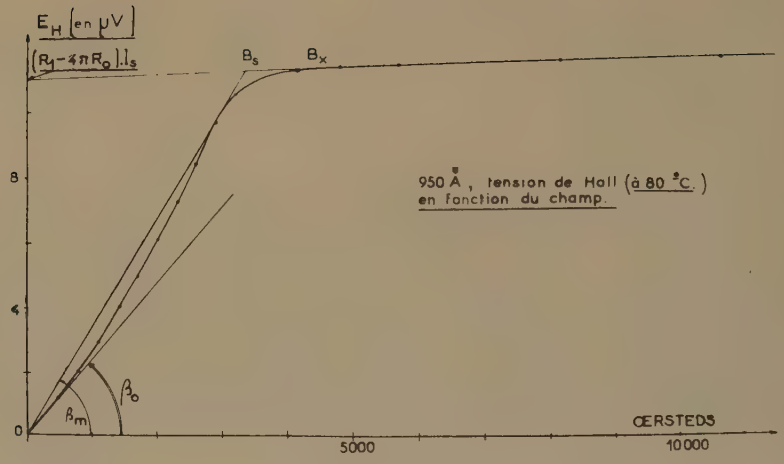


FIGURE 28

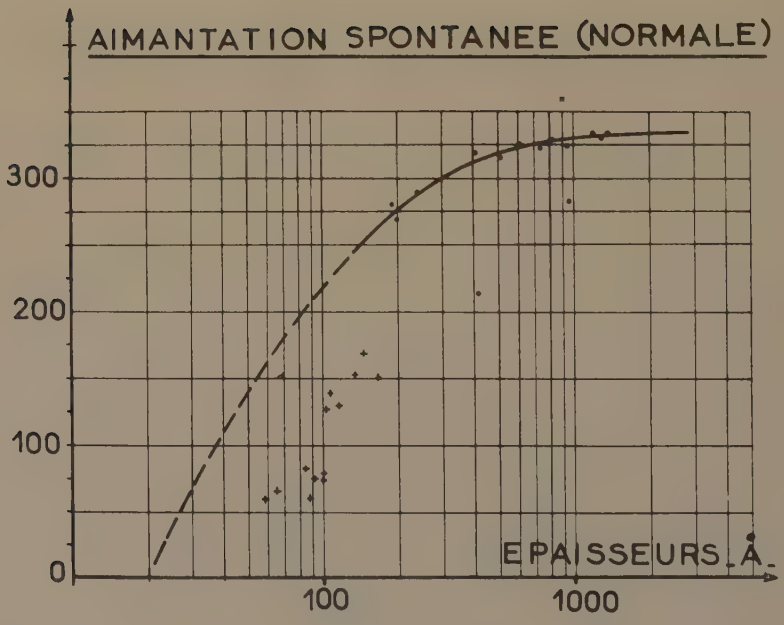


FIGURE 29

entre ces deux types bien distincts d'aimantation, on trouve des lames dont l'aimantation est intermédiaire aux cas extrêmes et qui assurent la transition entre eux (4).

A. — En fonction de l'épaisseur des dépôts, la constante R_0 déterminée par le pente des droites de saturation présente à la température ambiante l'aspect de la fig. 30. Elle accuse un minimum aux environs de 200 angströms et tend aux fortes épaisseurs vers la valeur usuelle
$R_0 = -- 0{,}61.10^{-12}$ V.cm/A.g.

En fonction de la température la variation de R_0 déduite des isothermes de Hall est très différente selon que l'épaisseur de la lame envisagée est ou non supérieure à 180 angströms (fig. 31).

Pour les épaisseurs supérieures à 180 angströms les courbes obtenues indiquent que R_0 passe par un maximum qui se situe, comme dans le cas du nickel usuel (A.-W. Smith [122] après le point de Curie ferromagnétique T_f. Les maxima croissent en valeur absolue avec l'épaisseur.

Au-dessus de 180 angströms l'aspect des variations de R_0 change complètement. En particulier les maxima s'estompent peu à peu pour disparaître aux très faibles épaisseurs.

---

(4) Les travaux de Reimer [113] ont montré que l'influence de la température du support pendant l'évaporation de couches de nickel se manifeste de deux façons :

1) d'abord sur la valeur du champ de Hall qui est d'autant plus important que la température du support pendant l'évaporation est basse (pour l'épaisseur 450 angströms, par exemple ce champ est réduit dans le rapport 3 quand la température du support passe de 20°C à 400°C).

2) Ensuite sur les valeurs de B_x et B_s qui se rapprochent d'autant plus des valeurs usuelles que la température du support pendant l'évaporation est élevée. J'ai vérifié (pour les lames de nickel) et d'autres chercheurs du laboratoire (pour les lames de fer et de cobalt obtenues par évaporation) que le recuit des lames produisait les mêmes effets.

Enfin on peut remarquer que les valeurs de l'aimantation à saturation normale déduites de leurs expériences sur les dépôts d'épaisseur inférieure à 100 angströms par Coren et Juretchke [29] sont tout à fait comparables à celle que j'ai obtenues ci-dessus. Or leurs lames sont recuites à 275°C température qui est supérieure à la température de Curie T_f de ces dépôts: ceux-ci sont donc tout à fait comparables aux films étudiés dans le présent travail.

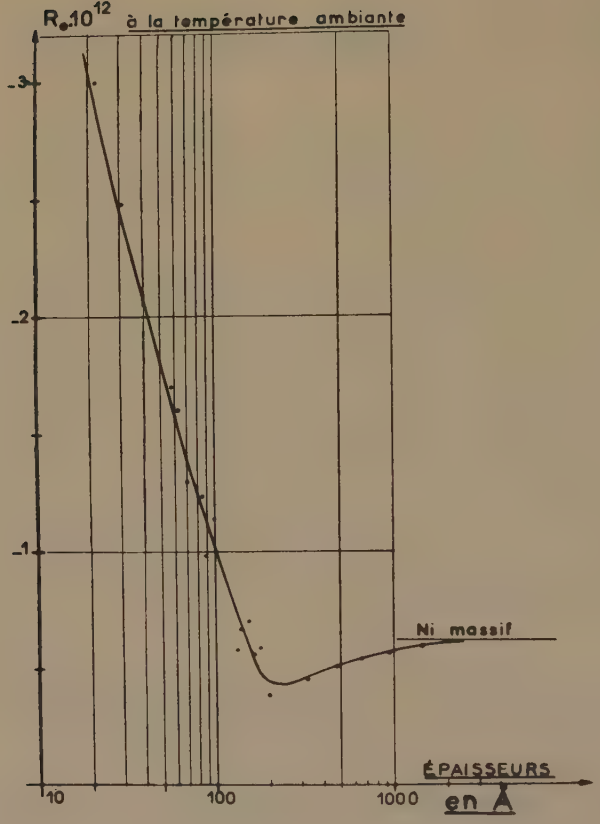


FIGURE 30

Remarque :

J'ai signalé que la détermination de R_0 (comme d'ailleurs celle de R_1) était difficile à faire avec précision aux alentours de la température de Curie ferromagnétique ; aussi les variations de l'une et de l'autre constante autour de T_f représentées fig. 31 et fig. 35 n'ont d'autre objet que de donner l'allure du phénomène quand on franchit cette température.

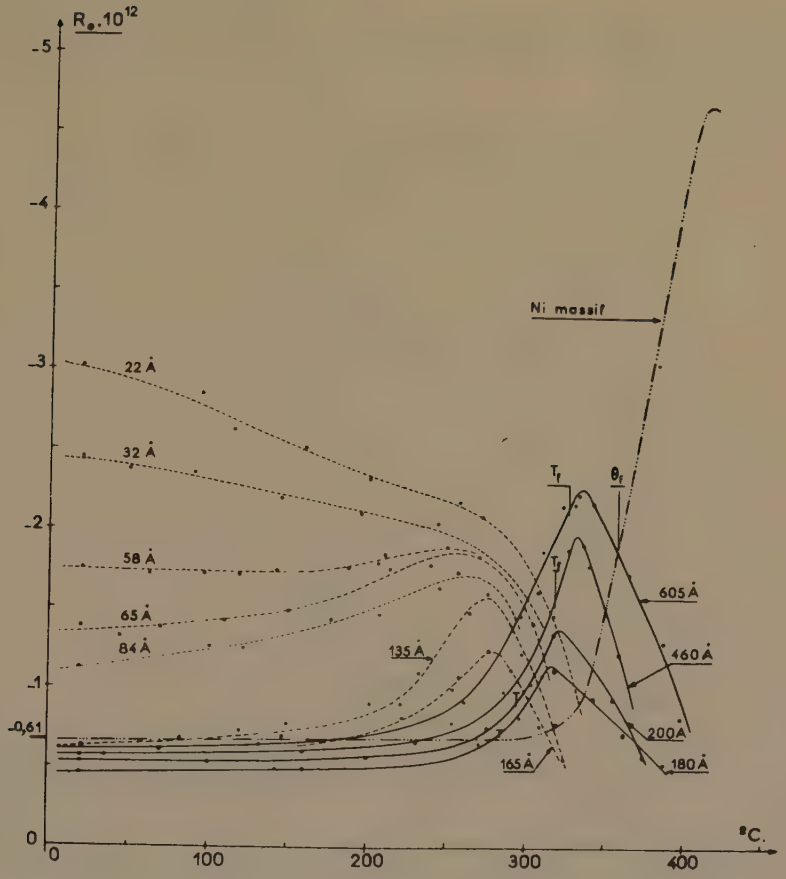


FIGURE 31

B. — L'étude de la constante R_1 d'aimantation présente plus d'incertitude. Sur la fig. 32, j'ai représenté la quantité (R_1 — 4 π R_0) I_s déterminée pour chaque épaisseur par l'ordonnée à l'origine des droites de saturation des isothermes de Hall. Les chutes après maxima présentent des points d'inflexion correspondant aux températures de Curie ferromagnétiques obtenues antérieurement par l'étude de la conductibilité. Comme pour R_0 le phénomène change d'allure au-dessous de 180 angströms, les maxima disparaissant complètement au-dessous de 100 angströms.

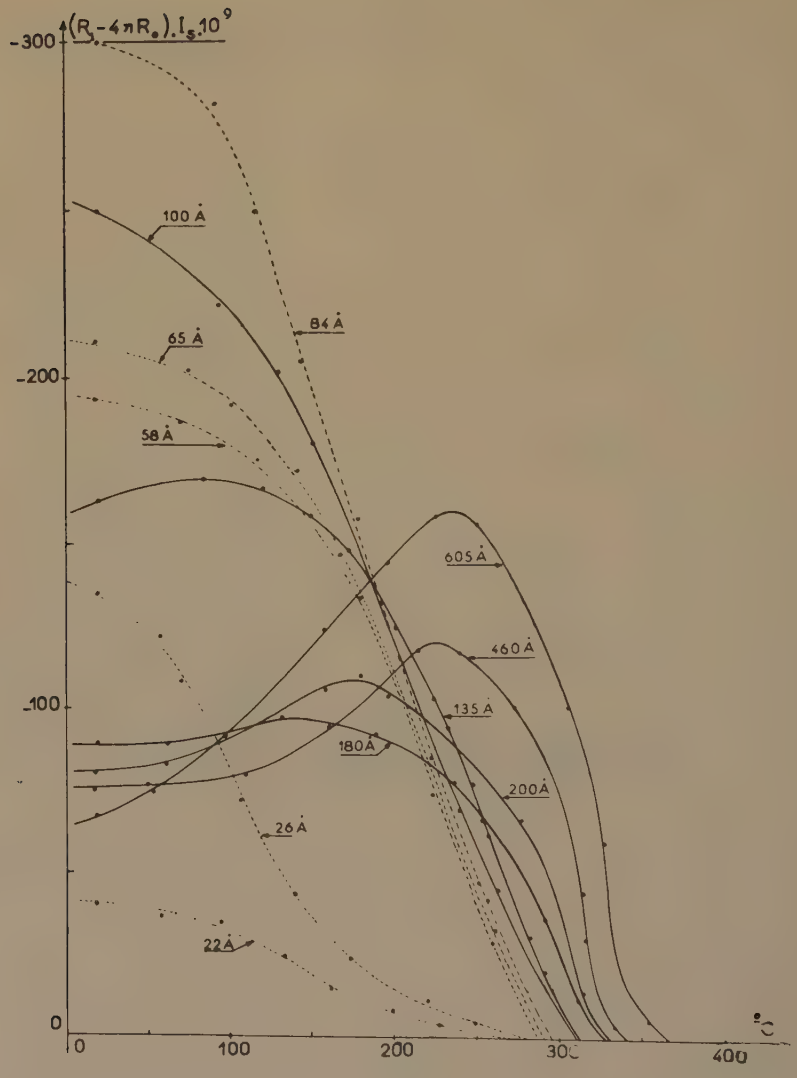

(R-4πR₀).I_s.10⁹
-300
-200
-100
0
100 Å
84 Å
65 Å
58 Å
605 Å
460 Å
135 Å
180 Å
200 Å
26 Å
22 Å
0
100
200
300
400
°C

FIGURE 32

A la température ambiante, la variation de $R_1 I_s$ en fonction de l'épaisseur sont données figure 33. Elle présente un maximum vers 100 angströms.

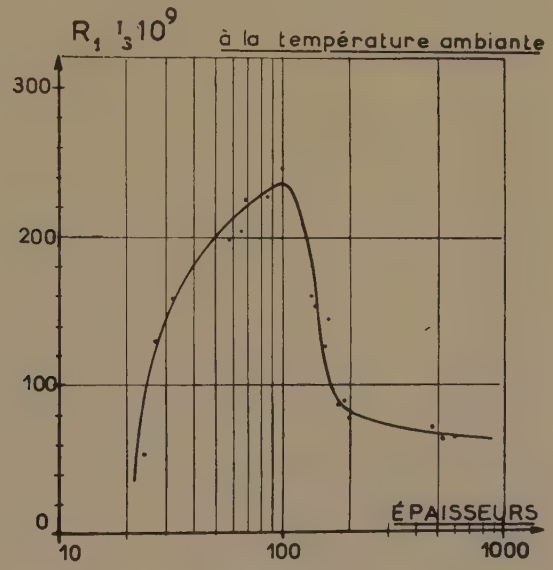


FIGURE 33

L'étude qui a été faite auparavant permet d'en déduire les variations de R_1.

— D'abord en fonction de l'épaisseur, à la température ambiante (fig. 34), la variation de R_1 présente la « cassure » vers 200 angströms que l'on a déjà rencontrée pour d'autres phénomènes qui comme R_1 sont étroitement liés à l'aimantation. Il faut noter qu'au-dessous de 200 angströms, R_1 croît très fortement. L'amorce d'une chute aux très faibles épaisseurs est probablement imputable au phénomène que l'on étudiera au chapitre V.

— En fonction de la température (fig. 35) et pour les lames de nickel d'épaisseur supérieure à 200 angströms on constate que R_1 a un comportement qui rappelle d'assez près celui du nickel massif tandis que pour les épaisseurs inférieures à 100 angströms, R_1 est constamment décroissant quand la température croît.

C. — Enfin pour compléter ces résultats, j'ai étudié le comportement du « paramètre de champ » défini précédemment :

— J'ai d'abord représenté la variation de δ avec l'épaisseur des couches. On met ainsi en évidence deux régions bien distinctes dans lesquelles le phénomène est bien différencié.

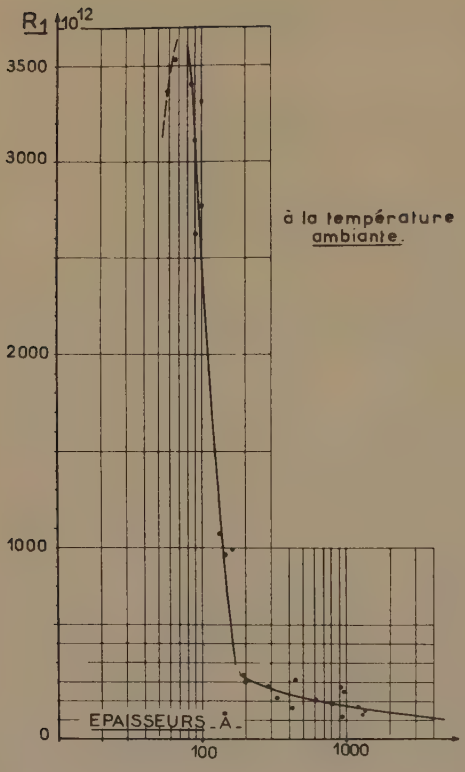


FIGURE 34

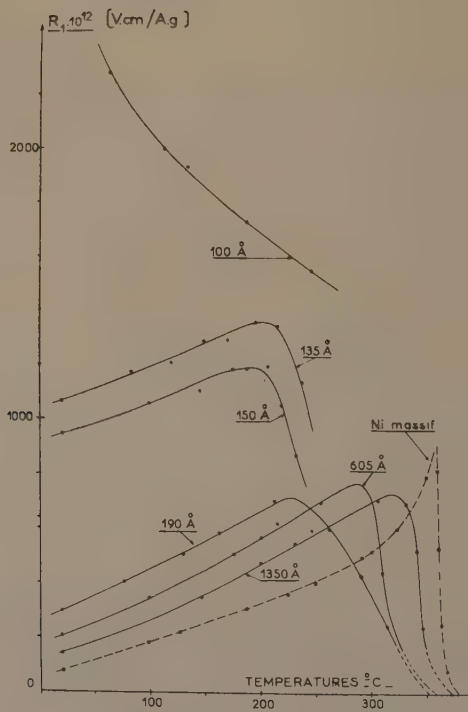


FIGURE 35

Dans chacune de ces deux régions δ dépend linéairement de l'épaisseur ; la pente de la droite représentative dans la région des faibles épaisseurs étant nettement plus accusée que pour les épaisseurs élevées (fig. 36).

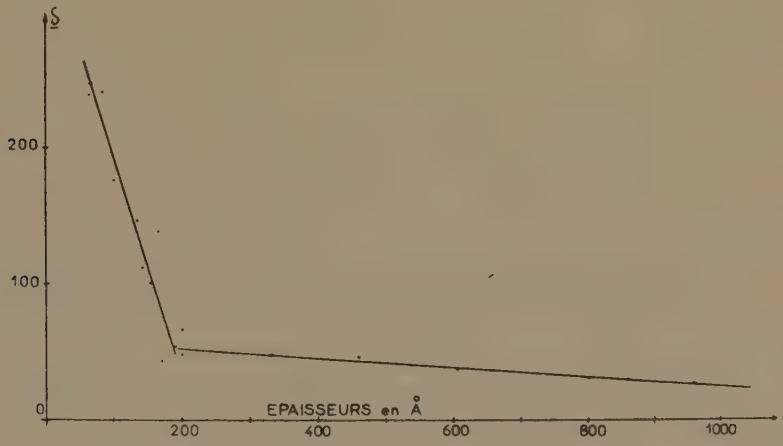


FIGURE 36

Sur la fig. 37, j'ai construit la courbe $\delta = f(t)$ correspondant à l'épaisseur 1.350 angströms. Elle donne l'allure générale de ces mêmes courbes pour toutes les épaisseurs supérieures à 180 angströms.

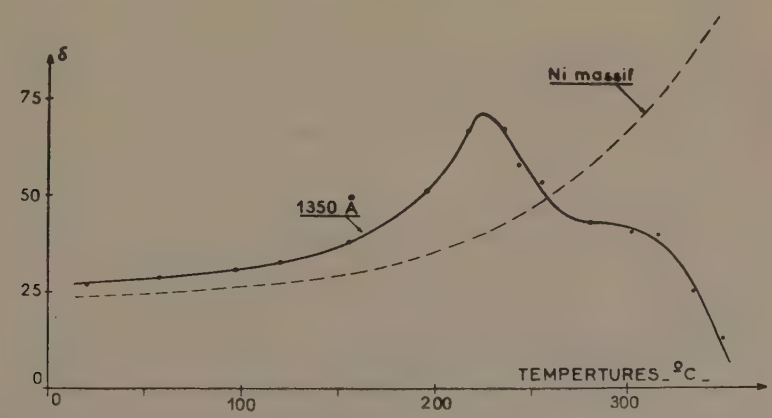


FIGURE 37

De même que pour le nickel usuel, δ croît dès l'ambiante avec la température [107] mais plus rapidement. Cependant, tandis que pour le métal massif le paramètre de champ croît de façon monotone jusqu'au voisinage de T_r le « δ » des lames minces passe par un maximum bien avant d'atteindre ce point de Curie.

En résumé :

De l'ensemble des résultats exposés dans ce chapitre, il ressort qu'il existe deux types bien différenciés de dépôts de nickel :

— les lames d'épaisseur supérieure à 180 angströms ont un comportement magnétique et électrique assez semblable, qualitativement, à celui du nickel usuel.

— les lames d'épaisseur inférieure à une centaine d'angströms qui ont des propriétés bien spécifiques.

Les différences entre ces deux catégories proviennent :

— du fait que le libre parcours moyen des électrons est fortement perturbé en-dessous de 180 angströms, ce qui explique le brusque accroissement de l'effet Hall à partir de cette épaisseur.

— des propriétés magnétiques des lames. En effet alors que pour les épaisseurs supérieures à 180 angströms les courbes de Hall montrent qu'il y a un changement de sens de l'aimantation quand on soumet les dépôts à un champ magnétique, il semble que le vecteur aimantation ne puisse s'écarter du plan de la lame quand elles deviennent très minces.

Il faut aussi remarquer que les valeurs de l'aimantation à saturation obtenues pour les lames épaisses (335 cgs) sont très nettement inférieures à celle du nickel usuel. Les dépôts minces sont constitués par une agglomération de grains ou cristallites liés par un milieu interstitiel à faible perméabilité magnétique dans lequel chaque grain subit des influences de la part de tous les autres qui sont également polarisés. Les valeurs que j'ai données ci-dessus représentent donc l'aimantation « apparente » des dépôts.

Pour les faibles épaisseurs, l'aimantation ne pouvant s'écarter du plan de la lame, ce n'est plus l'aimantation apparente vraie que l'on détermine, mais sa composante normale au plan du dépôt.

Enfin, les divers phénomènes étudiés montrent qu'il existe une liaison étroite entre l'effet Hall et l'aimantation dans les lames.

CHAPITRE IV

MAGNÉTORÉSISTANCE DES LAMES MINCES DE NICKEL

Les résultats obtenus dans l'étude de l'effet Hall des dépôts de nickel m'ont permis de conclure à l'existence de domaines et de déduire le mécanisme d'aimantation de ces lames. Afin de compléter ces observations, j'ai entrepris, sur ces mêmes lames de nickel, l'étude systématique de la magnétorésistance qui, également, est étroitement liée aux processus d'aimantation. Cette étude est faite en fonction du champ, de l'épaisseur des films et de la température.

Le comportement de la résistance électrique d'une substance ferromagnétique dans un champ magnétique est très particulier : alors que pour la plupart des métaux on observe habituellement une croissance de cette résistance avec le champ, dans un matériau ferromagnétique et pour les lames de nickel tout spécialement, l'effet dû à l'aimantation masque ce phénomène. D'autre part, il est évident qu'à l'anisotropie magnétocristalline habituelle des dépôts se superpose une anisotropie de « forme » due à la configuration particulière donnée au matériau. Ces diverses propriétés se conjuguant, on conçoit que l'action d'un champ magnétique sur la résistance des lames de nickel soit complexe. Aussi, afin d'étudier avec le maximum de précision le processus d'aimantation des lames j'ai mesuré trois types de magnétorésistance qui correspondent aux trois positions relatives que peuvent prendre, par rapport à la lame, le courant de mesure et la direction du champ appliqué :

— l'effet perpendiculaire de magnétorésistance dans lequel le champ magnétique est perpendiculaire au plan de la lame et au courant.

— l'effet transversal de magnétorésistance pour lequel le champ appliqué et le courant sont dans le plan de la lame mais orthogonaux.

— l'effet longitudinal de magnétorésistance dans lequel le courant et le champ sont parallèles.

Parmi les premières études sur ce sujet, citons celles dues à Van Itterbeeck et ses collaborateurs [44, 130, 131, 132] qui ont étudié l'influence d'un champ magnétique sur la résistance électrique de films de nickel et de fer à très basses températures en insistant sur l'influence de l'angle d'incidence du champ sur la lame. Plus récemment ces travaux ont été repris sur les lames de nickel et de fer [111, 112, 109, 110]. Le premier étudie le processus d'aimantation et l'effet d'anisotropie de forme tandis que le second a pour but de déterminer la distribution des orientations des vecteurs d'aimantation dans les couches évaporées de fer et de nickel.

Dans ce chapitre, sont décrits les expériences et les résultats concernant l'influence de la température, de l'épaisseur et des dimensions du dépôt sur le comportement de ces trois phénomènes, plus particulièrement au voisinage du point de Curie.

Cette étude à notre connaissance n'a jamais été faite. Le seul travail connu se rapportant à cette question est relatif au nickel massif (1) [12, 13].

IV,1. — DISPOSITIF EXPERIMENTAL.

— Toutes les mesures sont conduites sous vide, comme cela a été déjà dit. L'entrefer de l'électroaimant construit à cet effet (L = 20 mm, diamètre = 24 mm) permet de faire varier le champ de quelques œrsteds à 7 500 œrsteds.

— La mesure de variation relative de la résistance est effectuée à l'aide d'un montage [23] dérivé de celui déjà utilisé pour étudier le phénomène de Hall.

La variation de résistance se traduit par une variation de la tension V aux bornes de la lame : c'est cette variation de la tension que l'on mesure. Connaissant la différence de potentiel existant aux bornes de la lame avant l'application du champ, le rapport $\Delta R/R$ est égal à $\Delta V/V$. La variation ΔV est très faible par rapport à V : afin d'opérer avec une bonne précision il importe d'isoler cette variation ΔV de la tension qui l'engendre et finalement de n'amplifier que ΔV. Pour obtenir ce résultat, il est nécessaire qu'en l'absence de champ magnétique la tension aux bornes de la lame soit « fictivement » nulle : cela est réalisé en amenant une tension

(1) La magnétorésistance des métaux et alliages ferromagnétiques à basse température a été étudiée par J. Smit [119, 120].

compensatrice en opposition d'amplitude et de phase avec V à l'aide du système compensateur déjà signalé. Sur le schéma de la figure 38, j'ai représenté le circuit de mesure qui a été utilisé. On constate que deux variantes ont été apportées au montage d'étude de l'effet Hall :

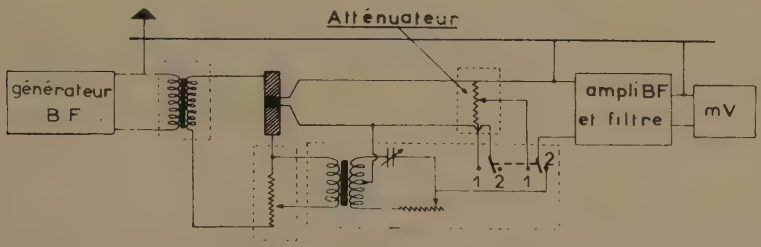


FIGURE 38

1. — La tension compensatrice est prise aux bornes d'une résistance à très faible coefficient de température insérée dans le circuit de la lame. Ceci élimine l'influence des variations du courant de mesure une fois tous les réglages réalisés.

2. — Afin de s'affranchir de la détermination précise du gain de l'amplificateur, un commutateur à deux voies permet de mesurer dans une position la tension ΔV (position 2), dans l'autre (position 1) une fraction de V (par l'intermédiaire d'un atténuateur étalonné). Une telle combinaison donne le moyen de choisir un rapport d'atténuation K qui permette d'utiliser la même sensibilité du voltmètre pour les deux mesures. La quantité $\Delta R/R$ est alors égale $\Delta V/KV'$ (V' étant la tension mesurée aux bornes de l'atténuateur).

Le bruit de fond d'entrée de l'amplificateur est de l'ordre du microvolt; compte tenu de la densité de courant admissible dans les lames et des considérations géométriques dont je reparlerai un peu plus loin, la sensibilité sur $\Delta R/R$ est, dans la plupart des cas, meilleure que 10^{-5}.

IV,2. — METHODE DE MESURE.

J'ai déterminé le rapport $\Delta R/R$ en fonction du champ appliqué à différentes températures. L'état magnétique initial des dépôts est défini en les soumettant au champ maximum que fournit l'électroaimant dans l'entrefer de 20 mm (7 500 œrsteds environ).

Au cours des mesures, j'ai fait varier le champ appliqué entre deux valeurs extrêmes : $\pm$ 7 500 œrsteds pour l'étude de l'effet perpendiculaire ; $\pm$ 1 500 pour les deux autres effets.

Les courbes ou les cycles obtenus sont symétriques par rapport à

l'axe $\Delta R/R$ ce qui m'a permis de ne représenter sur les figures 39, 44 et 48 que la partie droite de ces cycles correspondant aux champs positifs.

IV,3. — CAUSES D'ERREUR.

J'ai étudié en détail au chapitre précédent les erreurs introduites dans la détermination du champ magnétique ; ainsi que celles résultant des divers effets qui peuvent se superposer à celui que j'envisage ici. Je vais examiner encore trois causes d'erreurs qui peuvent influencer grandement les résultats.

a) *Stabilisation de la température :*

Les phénomènes de magnétorésistance, quoique assez facilement mesurables, sont très petits. Le coefficient de température du dépôt est compris entre 10^{-3} (pour une lame d'une cinquantaine d'angströms) et 3.10^{-3} à 4.10^{-3} (pour les dépôts plus épais envisagés dans ce travail). Les variations de résistance des films consécutives aux fluctuations de la température sont donc susceptibles de devenir prépondérantes et de masquer complètement le phénomène magnétoélectrique.

Je me suis donc efforcé d'obtenir une constante de la température aussi précise que possible, mais il serait illusoire d'espérer que cela soit réalisable à une petite fraction de degrés près.

J'ai cependant pu opérer avec une bonne précision en mesurant pour chaque valeur du champ les deux tensions ΔV et KV' consécutivement. Ceci sans que le temps nécessaire au tracé d'un cycle complet soit sensiblement allongé, puisqu'on a prévu à cet effet dans le montage de mesure un commutateur qui permet de passer sans difficulté de l'une des tensions à l'autre.

b) *Position de la lame par rapport au champ :*

Pour l'étude de l'effet perpendiculaire, le champ appliqué est normal au plan de la lame. Le montage réalisé pour la mesure de l'effet Hall, que j'ai utilisé dans ce cas, permet de satisfaire très correctement cette condition.

La mesure des effets transversal et longitudinal, suppose que les lignes de force du champ appliqué sont dans le plan de la lame. Cette condition est difficilement réalisable si l'on tient compte de l'extrême petitesse de l'épaisseur. Cependant j'ai vérifié que cette condition n'est pas aussi draconienne qu'il peut le paraître de prime abord : pour des positions à 3 ou 4 degrés de part et d'autre de la direction du champ les écarts sur $\Delta R/R$ sont insignifiants (à peine supérieurs à la précision des mesures) c'est que la composante, parallèlement à la lame, du champ appliqué est pratiquement insensible aux petites inclinaisons sur la direction du champ.

IV,4. — INFLUENCE DES DIMENSIONS DES LAMES.

J'ai pu la mettre en évidence sur l'effet perpendiculaire et l'effet transversal et vérifier qu'elle dépend de l'épaisseur des lames. Je préciserai pour chaque effet en particulier les observations que j'ai pu faire.

Comme pour la plupart des matériaux magnétiques la magnétorésistance du nickel se traduit, lorsque l'induction croît, par une diminution de la résistance quand le courant et le champ sont orthogonaux ; inversement, elle consiste en un accroissement de la résistance avec l'induction quand le courant et le champ sont parallèles. Nous allons revenir plus en détail sur ces résultats. Toutefois signalons encore qu'au voisinage du point de Curie et quelque soient les positions relatives du courant et du champ la magnétorésistance se manifeste toujours par une décroissance de la résistance.

IV,5. — EFFET MAGNETOELECTRIQUE PERPENDICULAIRE.

Etant donnée la grande sensibilité (2) de la méthode de mesure, j'ai pu étudier ce phénomène dans toute la gamme d'épaisseurs comprises entre une cinquantaine d'angströms et 1 000 angströms environ [56].

Avant d'entreprendre toute mesure, j'ai constaté :

a) que le rapport $\Delta R/R$ est indépendant de la fréquence du courant de mesure dans la bande comprise entre 50 et 2 000 Hertz. Toutes les mesures rapportées dans ce chapitre ont été effectuées à 500 Hertz.

b) que le rapport $\Delta R/R$ est indépendant de l'intensité du courant de mesure dans la lame tant qu'on ne dépasse pas la densité maximum admissible dans la lame.

En fonction du champ appliqué l'allure générale du phénomène est la suivante :

A. — Aux températures nettement inférieures à celle de Curie T_f :

— Pour les lames d'épaisseur supérieure à 300 angströms environ cette

---

(2) Notons que la sensibilité de la méthode croît quand l'épaisseur des lames diminue et que le phénomène magnétoélectrique devient très faible. En effet, la sensibilité est proportionnelle à la tension aux bornes de la lame donc à sa résistance.

allure est identique à celle que montre la figure 39 sur laquelle sont représentées les variations concernant une lame de 970 angströms.

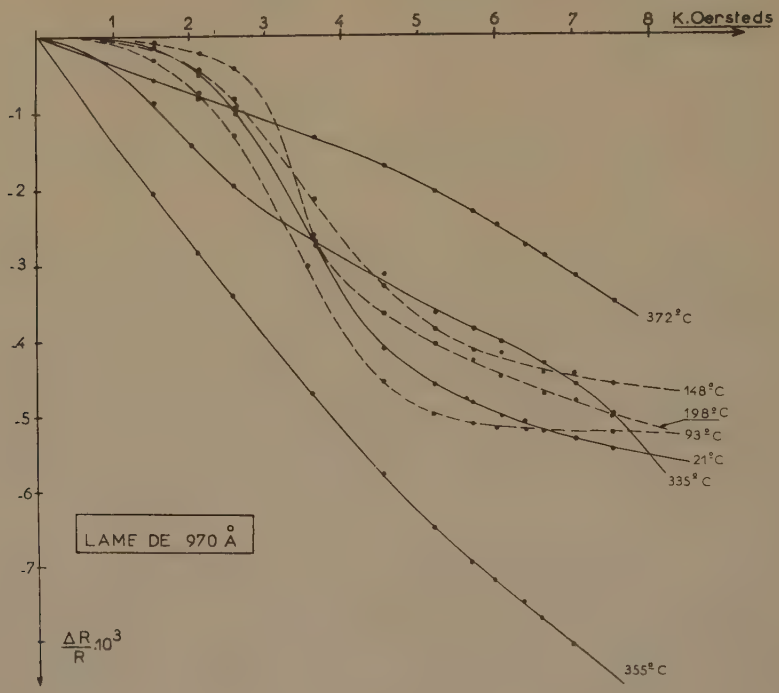


FIGURE 39

En partant du champ nul, la magnétoristance décroît d'abord très lentement, l'effet ne devient mesurable qu'après 1 000 œrsteds. La décroissance s'accélère ensuite, la courbure change de signe puis la courbe tend très lentement vers une saturation. Cet aspect est valable quelques soient les dimensions de l'échantillon.

— Pour les dépôts de plus faible épaisseur (inférieure à 300 angströms) le phénomène est beaucoup plus complexe et est sensible aux dimensions relatives de la lame ; pour les champs assez élevés on retrouve l'allure précédemment signalée, alors que le phénomène dans les champs relativement faibles est totalement différent (fig. 40). La magnétorésistance d'abord positive passe par une maximum, change de signe puis suit la loi générale. Quand le champ est ramené progressivement vers zéro, une grande partie de la courbe décrite « à l'aller » est parcourue « au retour ». Seule la région $\Delta R/R > 0$ n'est pas réversible.

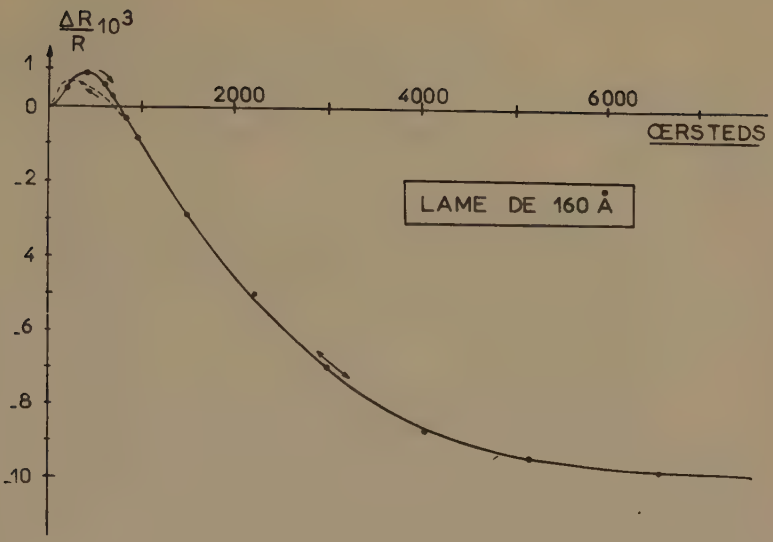


FIGURE 40

B. — Quand la température approche celle du point de Curie T_c, les isothermes de magnétorésistance se déforment : les concavités s'atténuent tandis que le rapport $\Delta R/R$ augmente très rapidement en valeur absolue. Une fois dépassée la température T_c, $\Delta R/R$ diminue brutalement et n'est plus mesurable au-dessus de 400°C.

J'ai représenté ce comportement sur les courbes de la figure 41 pour une lame de chacune des deux catégories précédemment définies. Sur l'un ou l'autre réseau le passage au point de Curie se traduit par une « anomalie » très marquée.

C. — L'étude de la « magnétorésistance perpendiculaire » en fonction de l'épaisseur des lames m'a conduit à considérer un autre phénomène qui lui est intimement lié : l'influence des dimensions de la lame.

La figure 42 représente les résultats de mesures successives, effectuées chacune sur une même lame en rapprochant progressivement les contacts de mesure, de manière à faire varier le rapport L/l (longueur/largeur), le courant de mesure restant parallèle à L. On constate :

— que la magnétorésistance des lames d'épaisseurs inférieures à 300 angströms passe par un maximum (en valeur absolue) qui correspond sensiblement au rapport L/l = 1, la magnétorésistance diminuant fortement pour les lames de rapport inférieur à 1.

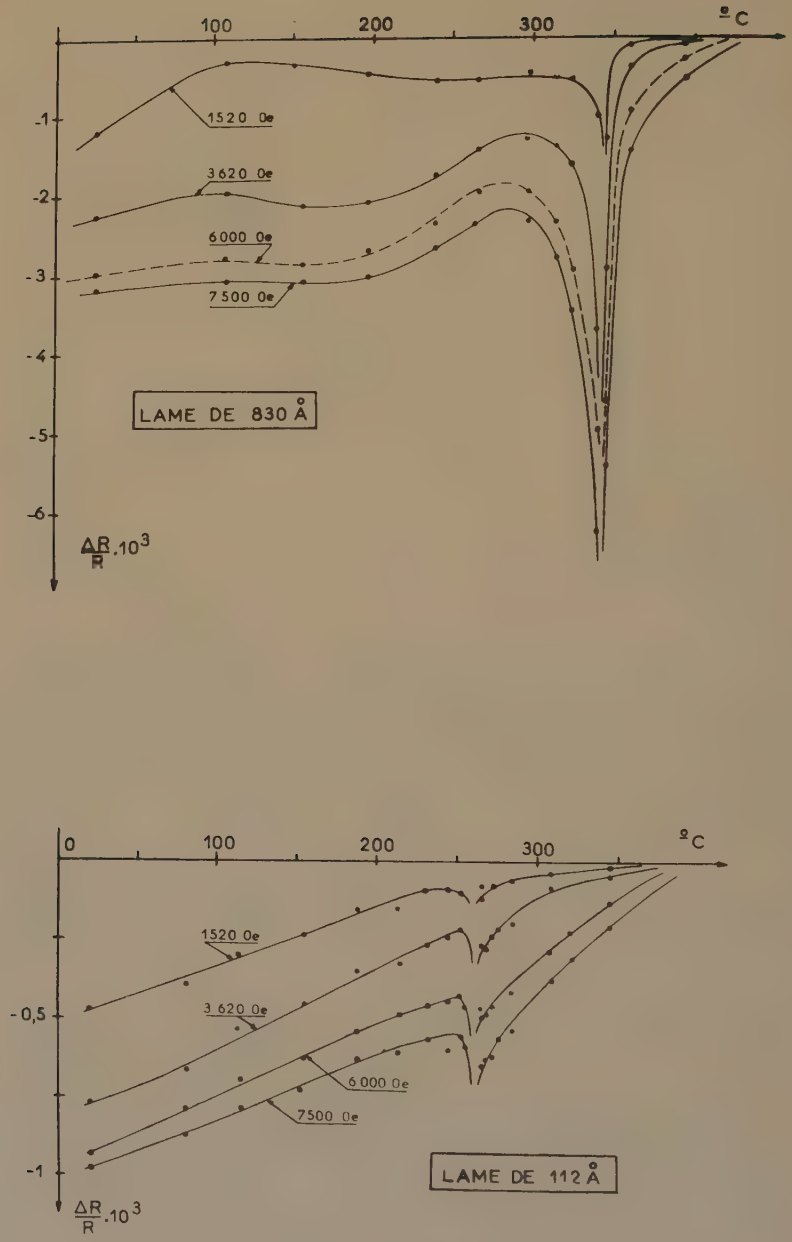

100
200
300
°C
-1
-2
-3
-4
-5
-6
1520 Oe
3620 Oe
6000 Oe
7500 Oe
LAME DE 830 Å
ΔR/R.10³
0
100
200
300
°C
-0,5
-1
1520 Oe
3 620 Oe
6 000 Oe
7500 Oe
LAME DE 112 Å
ΔR/R.10³

FIGURE 41

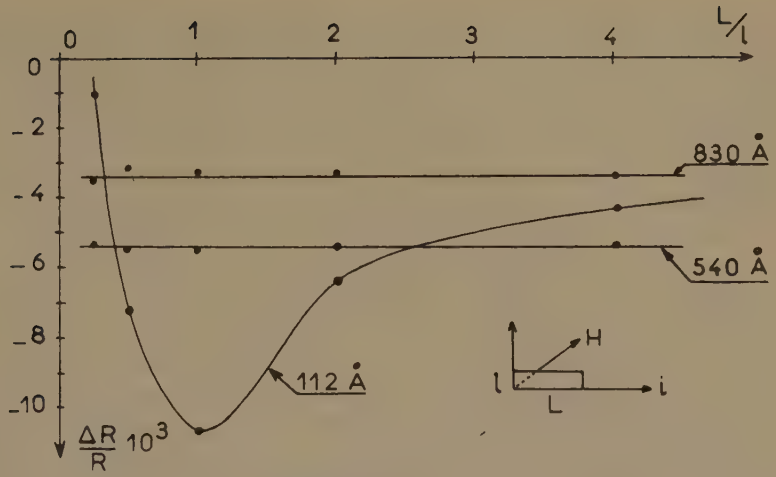


FIGURE 42

— que les lames plus épaisses (> 500 angströms environ) présentent une magnétorésistance qui n'est pas affectée par les modifications de la forme des échantillons.

Ceci étant, la figure 43 indique l'allure générale des courbes ΔR/R en fonction de l'épaisseur des dépôts pour des rapports L/l bien définis : L/l = 4, 1 et 1/4. Chacune d'elle passe par un minimum bien marqué aux environs de 300 angströms tandis que leur maximum se situe entre 600 et 700 angströms.

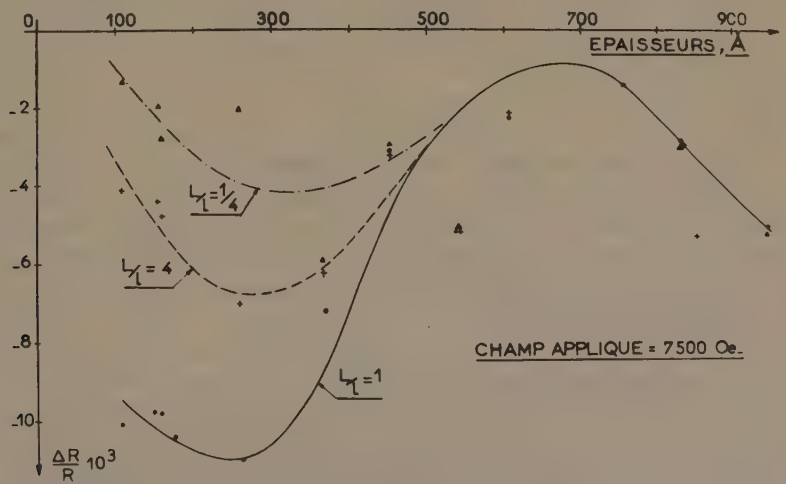


FIGURE 43

D. — Cette étude m'a donc permis, pour les faibles épaisseurs (< 300 angströms) de mettre en évidence l'influence des dimensions de l'échantillon sur la grandeur de $\Delta R/R$ ainsi qu'une variation plus complexe de cette quantité en fonction du champ avec apparition d'hystérésis. Ce phénomène peut être rapproché d'un autre, décrit par E. Englert en 1932 ([37] page 604). Bien qu'assez différent du phénomène rencontré ici, il nous en suggère une interprétation.

Englert, en effet, a montré que la magnétorésistance transversale de fils de ferro-nickel soumis à des efforts de traction suivait une loi plus compliquée quand ils sont soumis à de faibles tractions, que lorsqu'ils le sont à de fortes tractions. Dans le premier cas, $\Delta R'/R'$ passe par un maximum positif avant de s'annuler puis de changer de signe pour enfin tendre vers une saturation, tandis que lorsque l'effort de traction est important $\Delta R'/R'$ diminue constamment, d'abord lentement puis plus rapidement avant de tendre vers une saturation.

On sait d'autre part, que les couches minces de nickel préparées par évaporation sont soumises à une tension isotrope située dans le plan [31, 60] de la lame d'autant plus élevé que l'épaisseur de celle-ci est plus grande.

La magnétostriction du nickel est négative. Il paraît donc normal qu'au moins pour les épaisseurs élevées (supérieures à 300 angströms) le vecteur aimantation soit perpendiculaire au plan de la lame. Cette disposition est en accord avec mes résultats expérimentaux sur l'effet Hall.

Enfin, la résistance électrique croît quand l'angle du vecteur aimantation et du courant décroît comme l'indiquent les mesures de magnétorésistance (effets perpendiculaire, transversal et longitudinal).

Aux très faibles épaisseurs, l'augmentation du champ démagnétisant ajoutée à la diminution de tension isotrope permettent d'imaginer que les vecteurs aimantation se trouvent dans le plan de la lame, tout au moins dans une position très voisine et nécessitent pour s'en écarter un champ appliqué important. Dans ces conditions, et aussi longtemps que le champ reste assez faible, ce n'est plus l'aimantation du dépôt qui intervient dans la magnétorésistance mais le champ appliqué : le film se comporte alors comme un métal non ferromagnétique ; ce n'est que lorsque le champ atteint une certaine intensité que la propriété ferromagnétique du dépôt peut se manifester et que le phénomène s'inverse (fig. 40).

Notons :

— que cette interprétation est en accord avec la théorie de C. Kittel : les domaines sont aimantés perpendiculairement au plan de la lame pour les fortes épaisseurs, dans le plan pour les faibles épaisseurs.

— que tout se passe comme si (dans les conditions précises où nous opérons : faible épaisseur, champ perpendiculaire au dépôt) ces lames

présentaient un très fort champ coercitif, de l'ordre de 300 à 400 œrsteds, correspondant au maximum de $\Delta R/R$ (c'est en effet le champ nécessaire pour obtenir un déplacement irréversible des parois, champs, qui est conditionné par les obstacles à ces déplacements). Il faut cependant remarquer que deux faits vont à l'encontre de cette interprétation : les tensions sont faibles et aux fortes épaisseurs, on devrait trouver des champs coercitifs croissants avec les tensions donc avec l'épaisseur.

IV,6. — EFFET MAGNETOELECTRIQUE TRANSVERSAL.

J'ai fait pour ce cas une étude parallèle à la précédente. Les dépôts utilisés sont d'ailleurs les mêmes dans les deux cas : seule change leur position dans l'entrefer (à $\pi/2$ l'une de l'autre). La magnétorésistance est négative. En outre les mesures ont montré qu'elle ne dépendait ni de la fréquence, ni de l'intensité du courant qui circule dans la lame (mesures effectuées à 500 Hertz). Enfin remarquons que dans le cas présent, le champ démagnétisant est pratiquement inexistant.

A. — Dans toute la gamme d'épaisseurs envisagée (50 angströms, 1 200 angströms) l'aspect du phénomène est rigoureusement le même. A la température ambiante même les lames de nickel les plus minces (de l'ordre de 50 angströms) présentent des cycles semblables à celui de la fig. 44 (relatif à un dépôt de 460 angströms) : lorsqu'on fait croître le champ depuis zéro, la résistance décroît sans incident pour tendre très lentement vers une saturation du phénomène pratiquement atteinte pour un millier d'œrsteds ; en ramenant le champ progressivement vers zéro, on constate que $\Delta R/R$ reste toujours nettement supérieur (en valeur absolue) à ce qu'il est quand le champ va croissant.

L'influence de l'épaisseur se manifeste de deux façons :

— l'amplitude du phénomène diminue régulièrement avec l'épaisseur (fig. 45).

— la surface des cycles, à une même température, décroît rapidement avec l'épaisseur. Notons à ce sujet qu'il ne semble pas y avoir de loi simple reliant les épaisseurs des lames à la surface de leurs cycles. Tout au plus peut-on noter que cette aire décroît brusquement en dessous de 300 angströms environ: en effet, alors que les aires des cyles des lames de 830 angströms et 460 angströms sont dans le rapport 0,42 pour les lames de 260 angströms et 460 angströms il n'est plus que de 0,165 et si le cycle existe encore à 110 angströms sa surface n'est plus que 14/100 de celle de la lame de 460 angströms.

B. — En fonction de la température, j'ai observé une évolution identique du phénomène pour tous les dépôts. Sur la figure 45, j'ai représenté cette évolution pour la lame de 460 ansgtröms. On remarque que l'aire du

cycle diminue très vite quand la température s'élève et que ce cycle disparaît bien avant qu'on atteigne le point de Curie ferromagnétique.

En représentant, pour un champ donné (7 530 œrsteds), la variation de $\Delta R/R$ en fonction de la température, on met en évidence une anomalie très nette quand on franchit la température de Curie. On remarque que ces courbes ont une allure générale qui rappelle de très près celle qu'on a signalée dans l'étude de l'effet magnétoélectrique perpendiculaire.

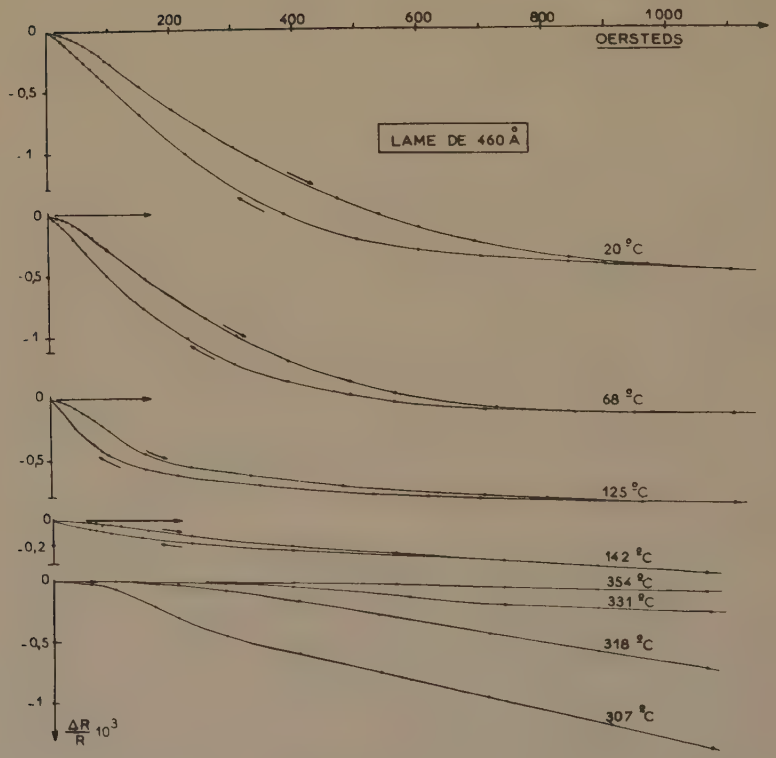


FIGURE 44

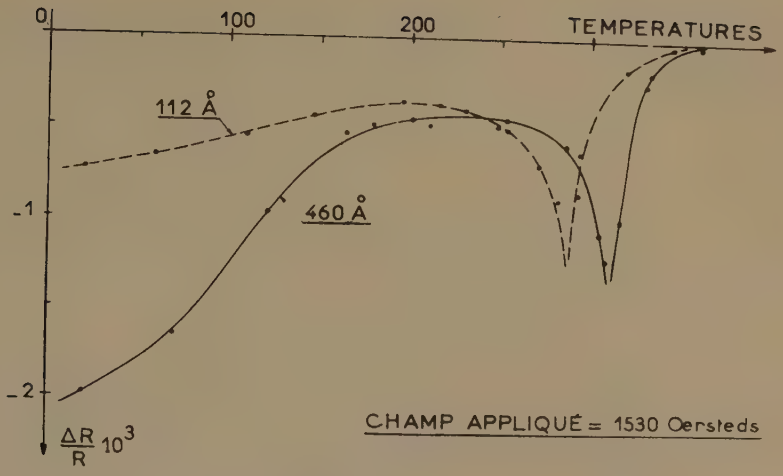


FIGURE 45

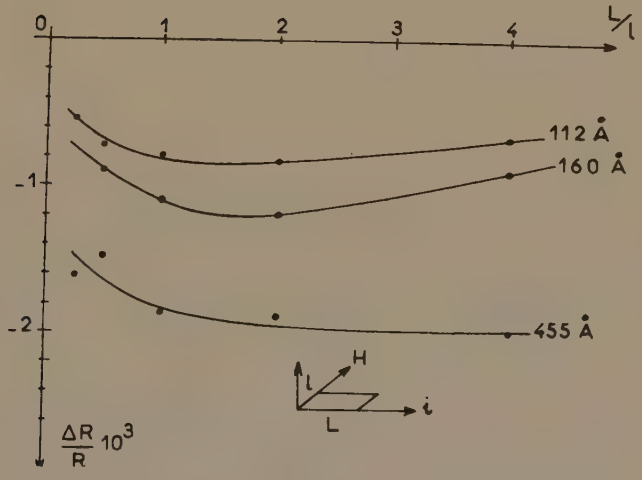


FIGURE 46

C. — L'étude de la variation de la magnétorésistance en fonction du rapport des dimensions conduit au réseau de la figure 46. Pour les lames d'épaisseur inférieure à 300 angströms, la magnétorésistance passe par un léger minimum tandis que pour les dépôts plus épais on assiste à une

légère augmentation de $\Delta R/R$ pour les rapports L/l inférieurs à 1. Ces diverses observations m'ont permis de tracer la variation de $\Delta R/R$ en fonction de l'épaisseur pour les rapports L/l = 4 et 1/4 (fig. 47).

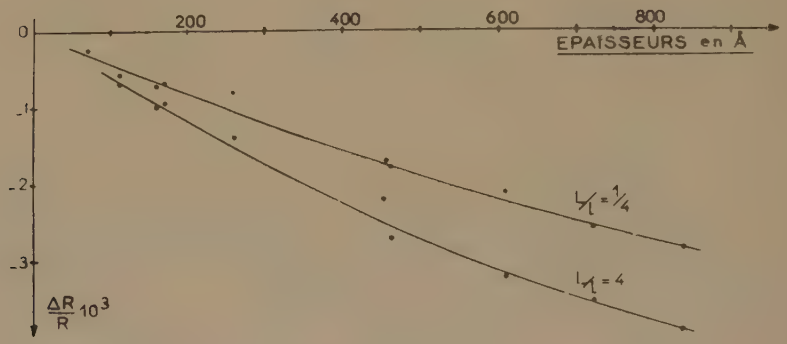


FIGURE 47

IV,7. — EFFET MAGNETOELECTRIQUE LONGITUDINAL.

Le phénomène a la même allure que dans l'effet transversal, mais est de signe opposé. La longueur de l'entrefer de l'électroaimant ne m'a pas permis d'utiliser les dépôts sur lesquels ont été effectuées les mesures des deux autres effets ; les lames, évaporées spécialement pour cette étude, et les contacts ont la forme représentée figure 1d. Contrairement à ce que j'ai signalé pour les magnétorésistances transversale et perpendiculaire, j'ai observé que l'effet longitudinal dépendait faiblement de la densité du courant de mesure dans les dépôts de faible épaisseur (< 200 angströms) : d'une façon générale, $\Delta R/R$ croît avec le courant et tend vers un palier qui est atteint pour les densités de courant couramment utilisées au cours de ces expériences. Pour les lames les plus épaisses $\Delta R/R$ est indépendant de la densité de courant de mesure. D'autre part $\Delta R/R$ est indépendant de la fréquence du courant d'alimentation (inférieure à 2 000 Hertz).

Le champ démagnétisant est pratiquement nul.

A. — A la température ambiante, et pour toutes les épaisseurs les cycles sont semblables à celui que présente la lame de 830 angströms (fig. 48). Dans cet effet également, la décroissance de l'épaisseur se manifeste par la diminution continuelle de $\Delta R/R$.

Je n'ai pu mettre en évidence de loi simple reliant l'épaisseur des lames à l'aire de leurs cycles.

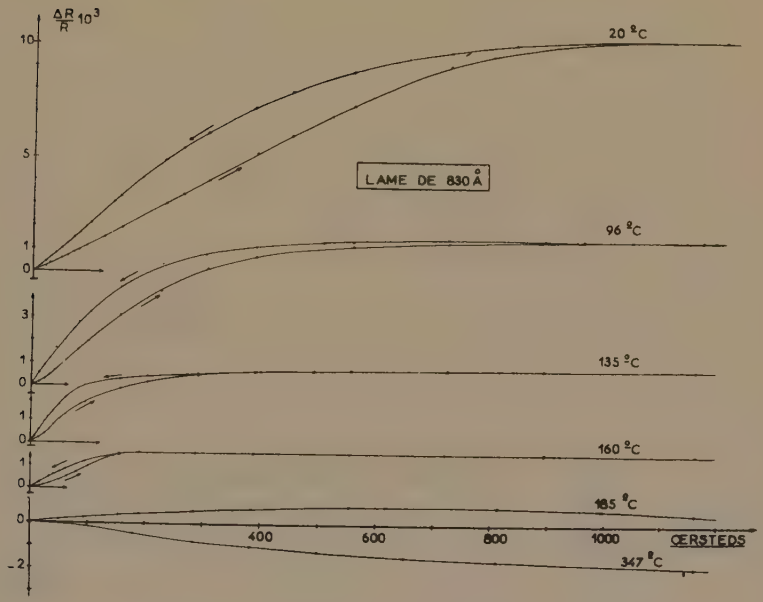


FIGURE 48

B. — En fonction de la température, la forme et la surface des cycles évoluent comme le montre la figure 48 (tracée pour la lame de 830 angströms). De même que pour l'effet transversal on observe que ces cycles s'évanouissent très rapidement et disparaissent à une température rela-

tivement basse. Si l'on se rapporte à l'évolution de $\Delta R/R$ en fonction de la température (figure 49) pour un champ donné, on peut remarquer que cette disparition du cycle, et donc de l'hystérésis de magnétorésistance correspond sensiblement au changement de signe de $\Delta R/R$.

D'autre part, si $\Delta R/R$ varie peu et reste faible en valeur absolue sur un large intervalle de température lorsque les champs sont inférieurs à 2 000 œrsteds environ, ce palier s'atténue peu à peu quand on considère les courbes correspondant à des champs de plus en plus élevés. Quand on franchit la température de Curie T_f, on met une fois de plus en évidence une « anomalie » dans la courbe $\Delta R/R = f(t)$.

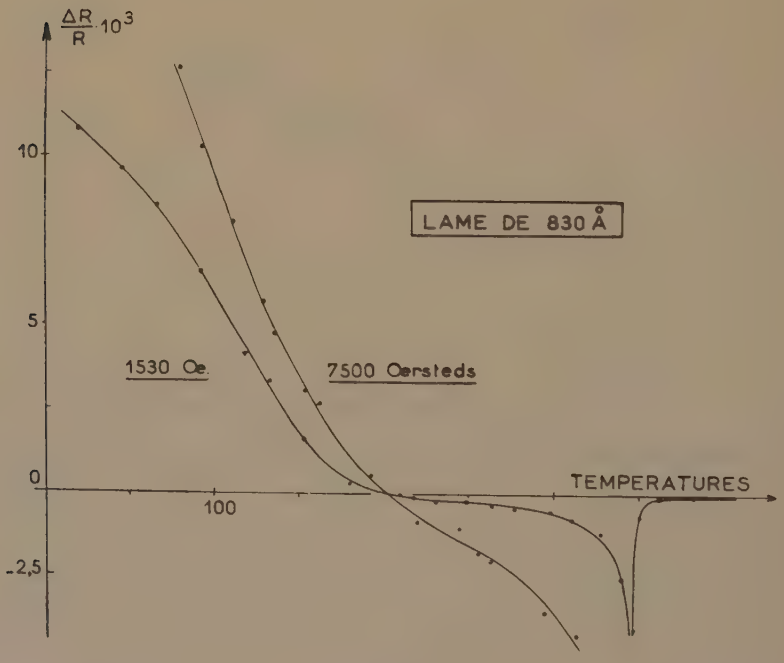


FIGURE 49

C. — Enfin, je n'ai pu étudier l'influence de l'effet de dimension sur la grandeur du phénomène mesuré. Cependant j'ai tracé (figure 50) la courbe donnant la variation de $\Delta R/R$ avec l'épaisseur pour un rapport $L/l = 1/4$ (le courant de mesure étant parallèle à L). Au-dessus de 300 angströms le phénomène a pratiquement sa valeur maximum alors qu'il devient très faible en dessous de 50 angströms.

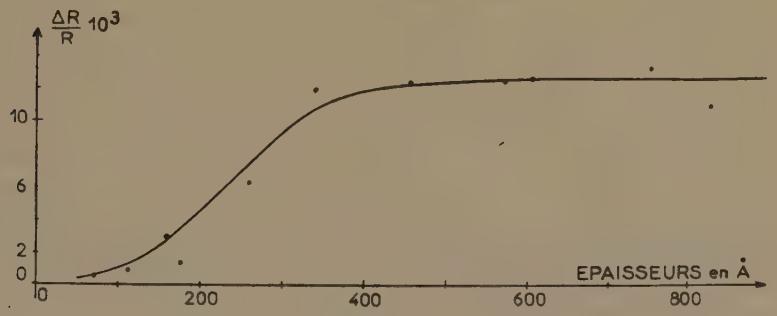


FIGURE 50

L'étude comparative des effets transversal et longitudinal de magnétorésistance montre que l'ensemble des lames étudiées se comportent comme des échantillons ferromagnétiques polycristallins dans lesquels l'influence des effets de dimension devient importante en dessous de 300 angströms.

A. — Toutes les lames ayant un comportement ferromagnétique (c'est-à-dire d'épaisseur supérieure à 20 angströms) semblent être constituées de domaines (en prenant ce terme dans un sens élargi qui tient compte, outre des hypothèses fondamentales classiques, des conditions particulières relatives à la forme des échantillons étudiés). On peut alors penser que les films très minces sont constitués par une mosaïque de domaines plans séparés par des parois perpendiculaires au plan des lames (c'est-à-dire d'après C. Kittel parallèles à la direction de facile aimantation).

B. — La résistivité d'un matériau polycristallin résulte de la « moyenne » des phénomènes existants en chacun de ses points, or la résistivité des domaines est une fonction de l'angle de la direction de l'aimantation avec le courant de mesure. L'application d'un champ magné-

tique extérieur détruit « l'équilibre » établi dans la substance désaimantée, ce qui se traduit par les phénomènes magnétoélectriques que je viens de décrire.

a) Dans un matériau usuel, la relation qui exprime la magnétorésistance peut s'écrire : $\Delta R = A + B\cos^2\theta$ en limitant la série à ses deux premiers termes, θ étant l'angle de l'aimantation et du courant de mesure, A et B deux constantes. Un calcul simple montre que le rapport des magnétorésistance longitudinale $(\Delta R)_L$ et transversale $(\Delta R)_T$ est constant $(\Delta R)_L/(\Delta R)_T = -2$ à condition qu'on ait affaire, à l'état désaimanté, à une distribution isotrope des aimantations ($\cos^2\theta = 1/3$).

b) Pour étudier la relation entre la variation relative de la résistance et l'aimantation des lames minces, W. Hellenthal [59] a montré que dans la mesure où les cristallites présentent la même aimantation spontanée, on pouvait partir de la relation $\Delta R/R = I_s^2 (\cos^2\theta - \cos^2\varepsilon)$ où θ et ε représentent l'angle de la direction de I_s avec le courant de mesure avant et après application du champ magnétique. Cette relation permet d'étudier la distribution des orientations des vecteurs aimantation dans les dépôts. Les effets longitudinal $(\Delta R/R)_L$ et transversal $(\Delta R/R)_T$ de magnétorésistance correspondent aux cas limite d'orientation totale des vecteurs aimantation, ils permettent d'écrire :

$$\left(\frac{\Delta R}{R}\right)_L = a\, I_s^2 (1 - \overline{\cos^2\varepsilon})$$

$$\left(\frac{\Delta R}{R}\right)_T = a\, I_s^2 (-\overline{\cos^2\varepsilon})$$

donc:

$$\left(\frac{\Delta R}{R}\right)_L - \left(\frac{\Delta R}{R}\right)_T = a\, I_s^2$$

et la valeur quadratique moyenne de la distribution :

$$\overline{\cos^2\varepsilon} = \frac{\left(\frac{\Delta R}{R}\right)_T}{\left(\frac{\Delta R}{R}\right)_T - \left(\frac{\Delta R}{R}\right)_L}$$

expression dont le second membre est bien positif puisque

$$\left(\frac{\Delta R}{R}\right)_T < 0 \text{ et } \left(\frac{\Delta R}{R}\right)_L > 0.$$

Ceci qu'est qu'une première approximation qui ne tient pas compte des phénomènes rémanents.

Les valeurs calculées par cette formule pour les films étudiés dans ce travail sont de l'ordre de 0,2 pour les lames d'épaisseur supérieure à 200 angströms environ. Cette valeur croît pour les épaisseurs inférieures et est de l'ordre de 0,4 vers 80-100 angströms. Ceci implique une orienta-

tion générale de l'aimantation tendant à être perpendiculaire au courant (donc au dépôt) aux fortes épaisseurs, et confirme l'hypothèse d'efforts de traction (dans le sens de l'échantillon) diminuant aux faibles épaisseurs.

C. — Un autre aspect très important de cette étude est à retenir : quelques auteurs [109, 110, 111, 112] qui ont abordé l'étude des effets magnétoélectrique transversal et longitudinal (3) ont signalé l'existence dans leurs lames d'un champ coercitif important. On sait en effet que la détermination de la force coercitive au moyen de la magnétorésistance peut se faire en première approximation par cette méthode : on assimile le champ appliqué au champ coercitif (au moment où l'aimantation disparaît) quand la résistance passe par un extremum. Or sur aucune de mes lames je n'ai pu mettre en évidence ce phénomène : la variation relative de la résistance, à une température donnée, est monotone (à la précision des mesures dans les champs faibles).

On peut attribuer cette propriété aux deux faits suivants :

— Ces lames ont été minutieusement recuites, les tensions internes sont réduites dans une grande proportion entraînant une forte diminution du champ coercitif [93, 95].

— Le recuit réduit les imperfections cristallines, favorise à la fois un regroupement des cristallites (on obtient une structure en « domaines » mieux formée) et une uniformisation de l'épaisseur (plus spécialement dans le cas des lames de très faible épaisseur). La variation de l'aimantation se produit uniquement par déplacement des parois : on sait que dans ce cas les dépôts présentent un champ coercitif très faible.

D. — Enfin remarquons qu'en grandeur le phénomène le plus important, pour un champ donné, et quelque soit l'épaisseur, est l'effet longitudinal, puis l'effet transversal. Il n'est pas possible à partir de ces résultats de mettre en évidence l'anisotropie de résistance des lames, d'abord parce qu'on n'a pas étudié l'influence des dimensions sur la magnétorésistance longitudinale, ensuite parce qu'il est indispensable pour une telle étude de mesurer les trois effets magnétoélectriques sur la même lame afin que les différents phénomènes soient réellement relatifs à une même structure.

(3) Ces dépôts obtenus par évaporation ou par électrolyse sont en général non recuits ou recuits rapidement sans précautions spéciales.

CHAPITRE V

FORMATION DES COUCHES TRÈS MINCES DE NICKEL ACTION D'UN CHAMP ÉLECTRIQUE CONSÉQUENCES

Au cours des chapitres précédents, j'ai signalé l'existence de phénomènes discernables uniquement sur les lames minces d'épaisseurs inférieures à une trentaine d'angströms et j'ai dit comment varient la résistivité, le coefficient de température et l'effet Hall de ces lames obtenues en l'absence de tout champ. Les propriétés de ces dépôts très minces, constitués d'agrégats polycristallins, dépendent fortement de la dimension moyenne des cristallites et de leur compacité. Or ces facteurs sont très influencés par l'état électrique de l'atome ou de l'ion au moment de sa condensation sur le support ainsi que par les « interactions de surface » au contact avec ce support.

Les propriétés des lames évaporées en l'absence de champ ont été bien précisées. Afin de déceler au moins qualitativement le rôle joué par ces facteurs dans la formation et l'évolution des lames, j'ai introduit, pendant leur déposition, et toutes choses égales par ailleurs, un nouveau paramètre qui modifie l'état de surface : un champ électrique. Ce champ électrique est présent au cours de l'évaporation et pendant l'évolution spontanée des lames à la température ambiante. Il est appliqué longitudi-

nalement dans le plan de la surface de condensation par l'intermédiaire des contacts évaporés au préalable pour permettre d'effectuer les mesures. Il en résulte qu'un courant très faible parcourt la lame (quelques microampères) dès que l'épaisseur atteint le seuil de conductibilité.

L'influence d'un champ électromagnétique sur l'évolution des couches minces de nickel a déjà été signalé par A. Colombani [16], Perrot, David [100] et d'autres auteurs [42, 129] précisèrent cette action pour l'argent et le plomb : j'ai retrouvé leurs résultats ; mais l'influence du champ électrique se manifeste aussi d'une façon très nette aux faibles épaisseurs en ce qui concerne la valeur de la résistance obtenue, le signe et la grandeur de son coefficient de température. Le phénomène de Hall est également modifié profondément. Je vais préciser ces résultats nouveaux.

V,1. — EVOLUTION SPONTANEE DES DEPOTS.

Le phénomène rapporté ici suit immédiatement l'évaporation. Les mesures sont effectuées à la température ambiante, le vide étant maintenu à 10^{-6} mm de mercure.

a) aux très faibles épaisseurs, l'évolution, en fonction du temps, de la résistance électrique se traduit comme on le sait par une croissance atteignant rapidement un palier. En l'absence d'un champ électrique appliqué, seuls peuvent agir en moyenne, sur les atomes qui se déposent, les attractions mutuelles des atomes et le potentiel de surface du support.

b) en présence d'un champ électrique longitudinal appliqué dans le plan de la surface de condensation durant le dépôt et l'évolution spontanée, on constate une accélération de l'évolution spontanée, la courbe d'évolution de la résistance obtenue est au-dessus de la précédente (fig. 51).

J'ai aussi vérifié que les résistances superficielles finales, correspondant au palier, pour une même épaisseur massique (même masse par unité de surface) étaient d'autant plus grandes qu'elles étaient évaporées dans un champ électrique plus élevé. La valeur minima (à la température ambiante) étant celle d'une lame évaporée sans champ.

Sur la figure 51, les courbes que j'ai représentées en trait continu sont relatives à des lames évaporées en l'absence de champ, en trait discontinu à des couches évaporées en présence d'un champ dont la valeur est précisée sur chaque courbe. D'autre part les courbes repérées par la même lettre sont relatives à des dépôts obtenus simultanément et qui, par conséquent, ont la même épaisseur massique.

Enfin, à des épaisseurs massiques égales, au voisinage d'une résistance

superficielle de 2 000 ohms l'application du champ pendant l'évaporation et l'évolution peut changer complètement le sens de celle-ci (fig. 51, courbes A).

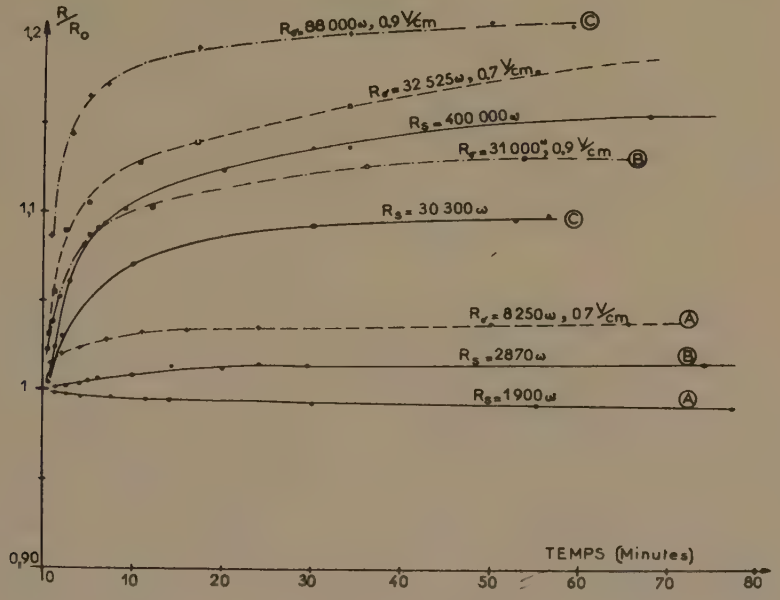


FIGURE 51

V,2. — COEFFICIENT DE TEMPERATURE ($\alpha_t = \frac{1}{R} \cdot \frac{dR}{dt}$) MESURÉ A 20°C.

Le coefficient de température de la résistance des lames évaporées en l'absence de champ, recuites à 420°C devient négatif pour une résistance superficielle supérieure à 1 200 ohms (épaisseurs < 20 angströms).

Lorsque les dépôts sont réalisés dans un champ électrique puis recuits, le changement de signe n'apparaît plus que pour des résistances superficielles d'autant plus élevées que le champ appliqué est plus important durant l'évaporation (fig. 52).

Ce résultat nouveau montre que tout se passe comme si l'apparition de l'état métallique était favorisé par le champ électrique. L'allure des courbes permet de penser qu'avec des champs de plus en plus grands, le coefficient de température resterait positif pour des épaisseurs de plus en plus faibles.

L'interprétation la plus simple est d'attribuer au champ électrique d'une part une modification du champ de surface, d'autre part une orientation mutuelle des atomes au moment de la formation des premières couches [34, 35, 71, 77].

Le fait que la résistance superficielle soit plus élevée à épaisseur massique égale semble indiquer dans le cas où agit le champ électrique une *compacité accrue* et une diminution d'épaisseur. L'ordre métallique apparaît à des épaisseurs plus faibles grâce à l'orientation.

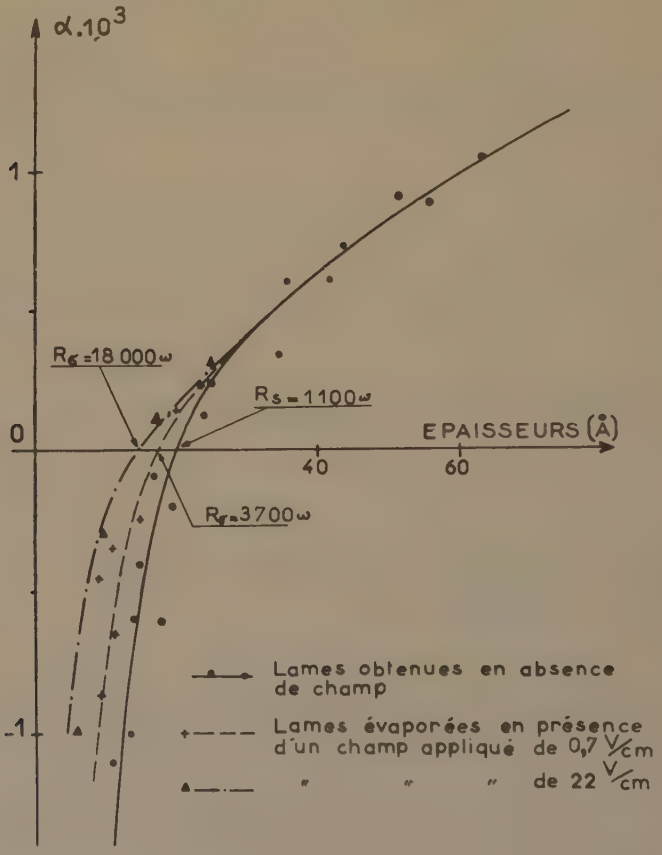


FIGURE 52

V,3. — EFFET HALL.

J'ai indiqué au chapitre III que les lames de nickel recuites (lames très minces), obtenues en l'absence de champ électrique, pouvaient présenter des changements de signe de l'effet Hall perpendiculaire et que de toute façon la grandeur des phénomènes mesurés présentait des fluctuations importantes dans cette gamme d'épaisseur. Lorsque ces lames sont évaporées en présence du champ électrique défini précédemment et recuites, ce phénomène disparaît et l'effet Hall obtenu est d'autant plus important (à « épaisseur massique » égale) que le champ appliqué pendant l'évaporation est plus élevé (fig. 53). Ce résultat s'explique également par l'apparition plus précoce de l'état métallique. L'aspect semiconducteur a disparu. La conductibilité est seulement électronique.

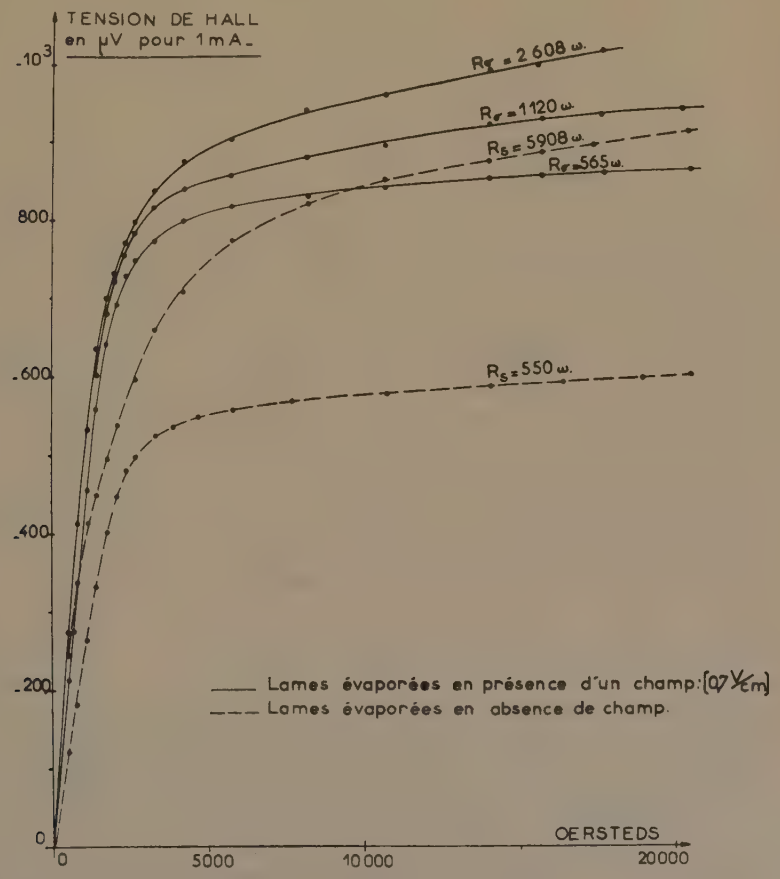


FIGURE 53

EN RÉSUMÉ.

Ces observations montrent en particulier que

— L'apparition de l'état métallique est favorisé par la présence du champ électrique qui paraît déterminer une moindre porosité des lames.

— Ce comportement des lames très minces évaporées en présence d'un champ montre, s'il en était besoin, que les phénomènes précédemment rencontrés aux très faibles épaisseurs sont le fait de la constitution des dépôts très minces (conséquence des interactions avec le support) et non à la présence d'un tapis semiconducteur dû à une oxydation des premiers atomes condensés.

CHAPITRE VI

QUELQUES ESSAIS D'INTERPRÉTATIONS

L'étude du comportement des films minces ferromagnétiques a nécessité la mise en œuvre de nombreuses méthodes expérimentales ; pour ne parler que des plus récentes : observation directe des cycles, effet Hall, magnétorésistance, etc... Mais aucune parmi ces nombreuses méthodes de mesure des propriétés magnétiques des couches minces n'utilise les renseignements que peuvent fournir sur le magnétisme des dépôts les propriétés thermiques de la conductibilité. Cependant, la relation qui existe en l'absence de tout champ magnétique entre la résistivité et l'aimantation spontanée des substances ferromagnétiques à l'état massif a depuis longtemps attiré l'attention des chercheurs et de nombreux travaux ont été consacrés à ce sujet [12, 47, 88, 89, 103]. J'ai donc appliqué aux résultats que m'ont fournis les courbes de résistivité en fonction de la température les raisonnements qui relient l'aimantation spontanée aux variations de la résistance électrique.

La décroissance « anormalement » rapide de la résistance des ferromagnétiques au-dessous du point de Curie a été attribuée par Mott [88, 89] à l'étroite dépendance de l'aimantation et de la température. Moyennant quelques hypothèses simplificatrices (relatives à la structure des « bandes ») il a élaboré une théorie dont l'accord avec l'expérience est assez satisfaisant.

Les bandes s et d des métaux de transition ferromagnétiques ne sont que partiellement remplies ; les électrons de conduction (qui occupent principalement la bande s) peuvent passer dans la bande d (ce qui explique

la résistivité élevée du nickel par rapport à celle du cuivre). On suppose que l'une et l'autre des deux bandes sont divisées en 2 « sous-bandes » s_1-s_2, d_1-d_2 (s_1 correspondant aux électrons s ayant leur spin parallèle à l'aimantation, s_2 les électrons à spin antiparallèle à l'aimantation). Des considérations d'occupation de ces bandes ont amené Mott à supposer que le rapport des probabilités de « transitions » entre les bandes s et d d'une part, s-s de l'autre, pour le nickel au-dessous de la température de Curie, est 4. Quand le ferromagnétisme apparaît, l'une des deux sous-bandes d se remplit au détriment de l'autre, la probabilité de transition diminuant dans le premier cas tandis qu'elle augmente dans le second. Il en résulte que la résistivité du nickel au-dessous du point de Curie est inférieure à celle du palladium dont les sous-couches d sont également incomplètes mais qui n'est pas ferromagnétique. L'aimantation spontanée est proportionnelle à la différence de « population » des 2 bandes. Quand la température croît, l'aimantation diminue : la résistivité du nickel se rapproche de celle d'un hypothétique nickel paramagnétique avec laquelle elle se confond au-dessus de T_p.

La résistivité d'un matériau ferromagnétique s'exprime alors par la formule :

$$\varrho = \text{const.} \frac{T}{M\,\theta^2} \left[\frac{1}{(1-z)^{1/3} + \alpha} + \frac{1}{(1+z)^{1/3} + \alpha} \right]^{-1}$$

où $z = I/I_0$, α égal au rapport des « transitions » s-s et s-d au-dessous du point de Curie. La quantité entre crochets dépend de la température par l'intermédiaire de z.

De la comparaison des deux cas extrêmes $z = 1$ (nickel saturé), $z = 0$ (nickel paramagnétique), il vient :

$$\frac{\varrho_{z=1}}{\varrho_{z=0}} = \frac{\dfrac{2}{1+\alpha}}{\dfrac{1}{\alpha} + \dfrac{1}{\alpha + 2^{1/3}}}$$

pour le nickel usuel, Mott a trouvé :

$$\frac{\varrho_{z=1}}{\varrho_{z=0}} \simeq 0{,}34$$

Le nickel est sans conteste, parmi les ferromagnétiques, un de ceux qui a été le plus étudié : son point de Curie peu élevé, son anisotropie magnétique faible font qu'expérimentalement il présente de grands avantages. D'autre part, il se situe dans la même colonne du système périodique que le palladium, qui a lui aussi des sous-couches électroniques (bande d) incomplètes mais n'est pas ferromagnétique : ce rapprochement a un très

grand intérêt théorique car il a permis de déterminer qualitativement l'importance de l' « anomalie ferromagnétique de résistivité ». Par une simple affinité, on peut amener en coïncidence, au-delà du point de Curie, les caractéristiques R = f (t) des deux métaux. La partie de la courbe ainsi obtenue (en dessous du point de Curie) représenterait approximativement la résistivité du nickel en l'absence de l'aimantation spontanée (c'est-à-dire d'un hypothétique nickel non ferromagnétique).

Pour les films minces, quelque temps après notre première tentative [20, 26] dans ce sens, H.-J. Bauer [3] tente de mettre en évidence une relation quantitative entre l'anomalie ferromagnétique de résistance et l'aimantation spontanée de ces mêmes dépôts : il utilise à cet effet la comparaison des caractéristiques R = f (t) de couches de nickel et de palladium (ou plus exactement d'une courbe parabolique coïncidant avec cette dernière sur un très large intervalle de température) sensiblement de même épaisseur de façon qu'elles se superposent dans la région du paramagnétisme et que leurs prolongements extrapolés se coupent au zéro absolu. Ces deux essais bien qu'assez empiriques montrent que l'anomalie ferromagnétique de résistance électrique diminue avec l'épaisseur mais qu'elle est visible jusqu'à des épaisseurs de l'ordre de 20 à 30 angströms.

La même correspondance étroite a été mise en évidence entre l'effet Hall extraordinaire et la résistivité électrique des ferromagnétiques. Dans leurs théories Karplus et Luttinger [70, 78] puis Smit [119, 120, 121] quoique par des voies différentes, ont trouvé avec une bonne approximation que la constante R_1 dépendait du carré de la résistivité. Les vérifications expérimentales effectuées, tant par eux-même que par C. Kooi [75], J.-P. Jan et J.-M. Gijsman montrent que si pour le fer cette relation est exacte, pour le nickel les résultats sont plus divergents. Je reprendrai cette étude pour les lames minces étudiées dans les chapitres précédents.

Enfin, diverses considérations concernant les propriétés électriques et magnétoélectriques propres aux lames minces me permettront d'en déduire quelques résultats relatifs au libre parcours moyen et la conductibilité du nickel.

VI,1. — RELATION ENTRE L'ANOMALIE FERROMAGNETIQUE DE RESISTANCE ET L'AIMANTATION SPONTANÉE.

Pour discuter des liens qui existent entre l'anomalie ferromagnétique de la résistance électrique et l'aimantation spontanée des dépôts, je procéderai par analogie avec la méthode utilisée par Cabrera [13] puis par Potter [103] pour les « ferromagnétiques » massifs. Après le point de Curie paramagnétique T_p, la courbe de variation thermique de la résistance

électrique est sensiblement rectiligne. En l'extrapolant vers les basses températures (fig. 14) Cabrera et Potter ont montré que la distance $\Delta \mathcal{R}_f$ ainsi mise en évidence était avec une grande précision proportionnelle au carré de l'aimantation spontanée. J'ai de même vérifié cette propriété (fig. 54) en utilisant la courbe concernant le nickel massif que j'ai étudié (chapitre II,5).

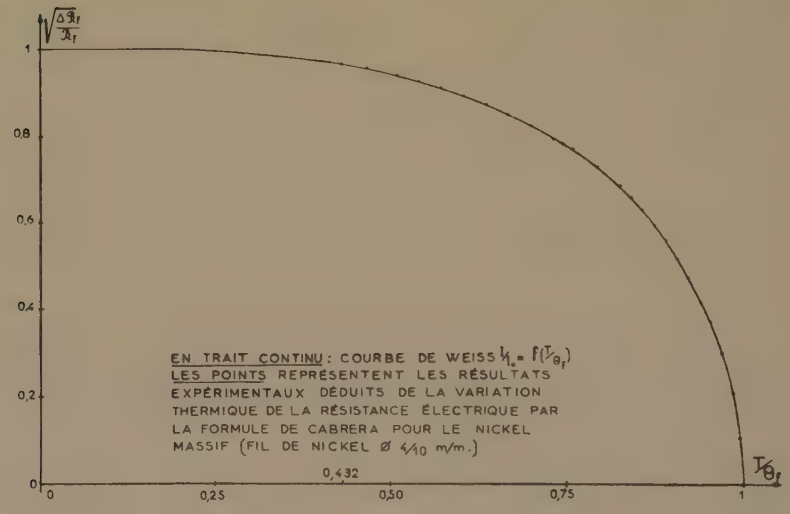


FIGURE 54

La relation de Cabrera que j'utilise s'écrit $(\mathcal{R}\text{-}R)/\mathcal{R} = A\,(I/I_0)^2$ où R est la résistance mesurée, $\mathcal{R}$ la partie indépendante de l'aimantation (résistance du nickel « paramagnétique »), A une constante, I et I_0 les aimantations spontanées aux températures T°K et T = O°K. D'abord proposée, par Cabrera à la suite de considérations expérimentales cette relation a été retrouvée théoriquement par Vonsovskij pour les substances ferromagnétiques du modèle (s-d).

J'ai montré (chapitre II,3) que si la température T_f diminuait avec l'épaisseur il n'en était pas de même de la différence (T_p T_f) qui en

dessous de 200 angströms croît très rapidement. Si la courbe R = f (t) a une allure parabolique jusqu'à T_f il n'en est plus de même entre T_f et T_p. D'autre part, pour $T > T_f$ il n'y a plus d'aimantation spontanée. La relation ci-dessous semble donc ne devoir s'appliquer qu'en dessous de T_f.

Sur la figure 55 est représentée la courbe R = f (t) d'une lame de 50 angströms. Les deux points de Curie sont bien différenciés. A partir de T_f est tracée une droite parallèle à celle correspondant à l'extrapolation à partir de T_p. J'ai porté sur cette figure 55 les notations que j'utiliserai dans ce paragraphe.

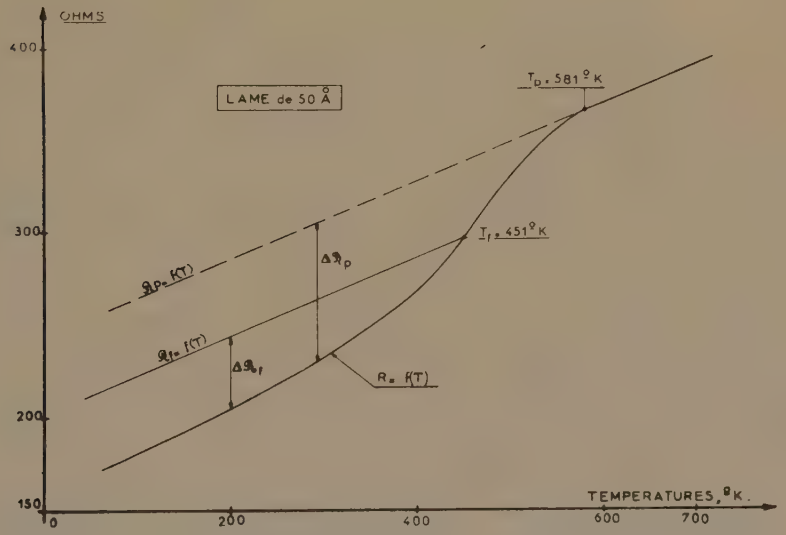


FIGURE 55

A partir de ces constructions j'ai déduit le rapport I/I_0 en appliquant la formule successivement à $\Delta\mathcal{R}_f$ et $\Delta\mathcal{R}_p$. Les résultats obtenus, portés en fonction de T/θ_f (courbes en trait continu) sont indiquées figures 56 et 57. J'ai complété ces faisceaux de courbes en leur adjoignant les courbes de Weiss $I/I_0 = f(T/\theta_f)$. On constate qu'aux fortes épaisseurs, les courbes ainsi obtenues tendent très convenablement vers les courbes de Weiss (épaisseur infinie).

Enfin sur la figure 58, j'ai groupé la courbe de Weiss $(I/I_0)^2 = f(t)$ et celles qui traduisent mes résultats. L'allure de ces dernières s'accorde bien avec celle de Weiss.

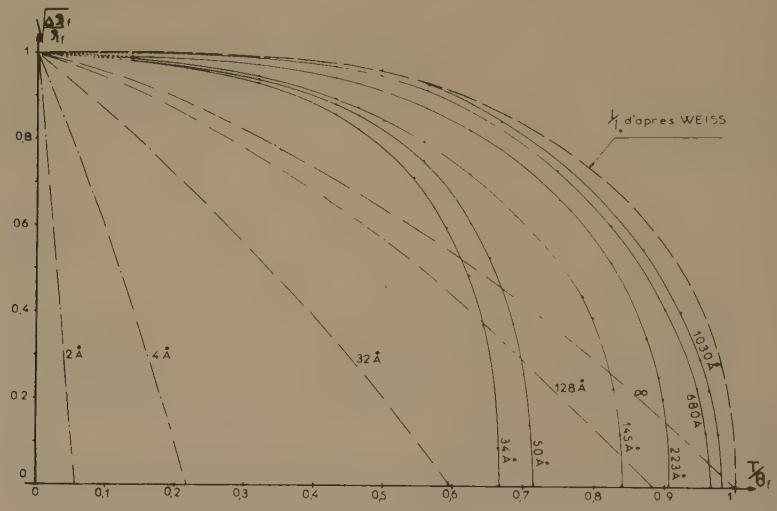


FIGURE 56

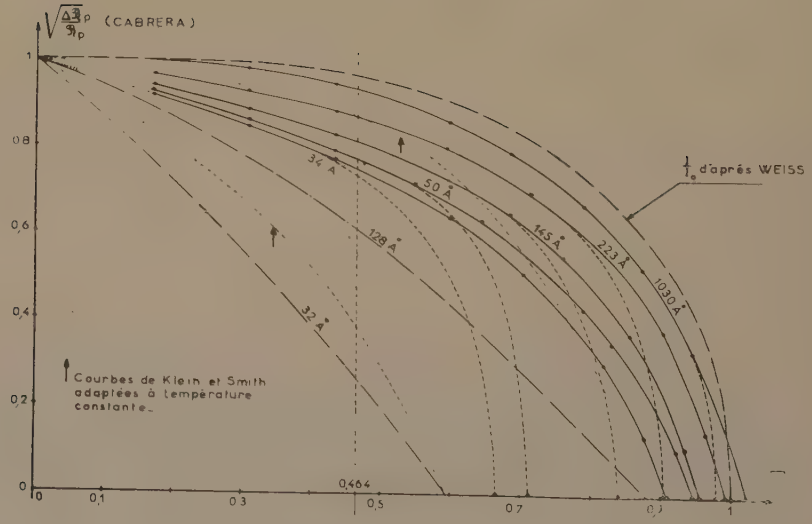


FIGURE 57

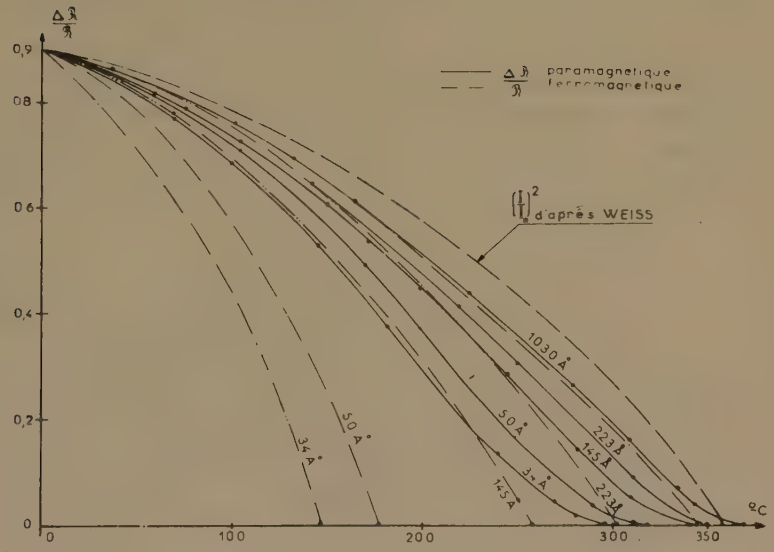


FIGURE 58

Ces considérations supposent à priori que le carré de l'aimantation des lames minces est proportionnel à leur résistivité, étendant ainsi aux films minces les propriétés du métal massif. C'est cette proposition qu'il convient maintenant de confronter à l'expérience.

J'ai déduit, avec une bonne approximation, les valeurs de I_s à différentes températures des résultats expérimentaux obtenus pour l'effet Hall (chapitre III) ; pour les valeurs supérieures à 200 angströms : $I_s = \frac{B_s}{4\pi}$

D'autre part, je supposerai que l'aimantation I_0 à 0°K est quelque soit l'épaisseur des lames, égale à celle du nickel usuel (508,8 cgs) dans les mêmes conditions. Cette hypothèse paraît justifiée par les résultats des expériences aux très basses températures effectuées par E.-C. Crittenden et R.-W. Hoffman [33].

J'ai donc étudié la variation de I_s/I_0 en fonction de la température « réduite » T/θ_f (θ_f = 631°K du nickel usuel). Sur la figure 59 sont tracées quelques-unes des courbes obtenues. On constate :

1) que comparativement à la courbe de Weiss elles sont très nettement « affaissées » sur l'axe des températures.

2) que leur extrapolation vers les faibles valeurs de T/θ_f conduit à une valeur de $I_s/I_0 << 1$ au zéro absolu.

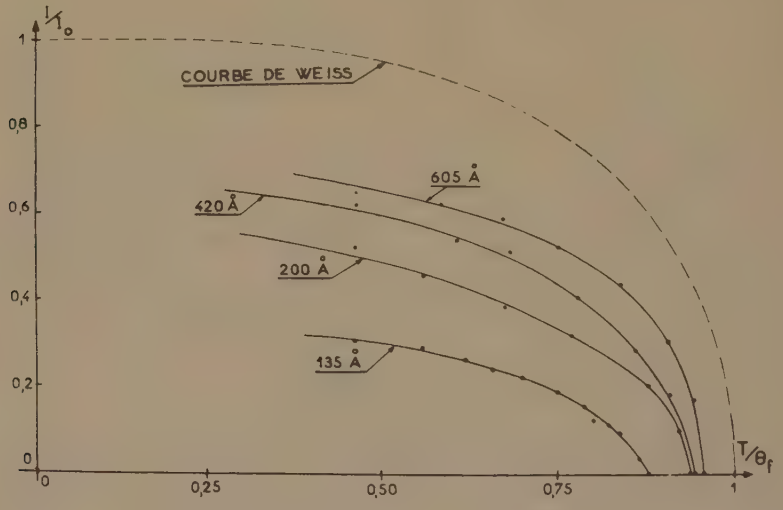


FIGURE 59

Remarque :

Il est intéressant de souligner que les quelques dépôts dont j'ai déjà signalé les propriétés aberrantes (chapitre III) par rapport à celles de la grande majorité des dépôts étudiés sont tels que leurs caractéristiques $I/I_0 = f(T/\theta_f)$ s'extrapolent vers le point $I/I_0 = 1$ à 0°K bien qu'elles aient une concavité bien moins accentuée que la courbe de Weiss (fig. 60). Ceci confirme l'hypothèse émise, selon laquelle ces lames auraient une structure cristalline beaucoup plus proche de celle du nickel usuel que l'ensemble des autres couches étudiées.

De l'ensemble de ces considérations, on peut conclure que la construction (basée sur la formule de Cabrera) que j'ai appliquée aux lames minces est impropre à représenter les résultats expérimentaux auxquels

j'ai été conduit. Il semble qu'une relation de la forme $(I/I_0)^n = f(T/\theta_f)$ avec $n < 2$ diminuant avec l'épaisseur (dont la courbure serait moins accentuée), est plus adaptée à la représentation des phénomènes envisagés ici.

On peut également supposer que ces lames se comportent comme une « structure granulaire » ferromagnétique à grand facteur de remplissage dans laquelle il est à présumer que le milieu interstitiel a des paramètres électromagnétiques différents de ceux des cristallites. Dans une telle substance, il n'est pas possible de négliger les interactions entre cristallites.

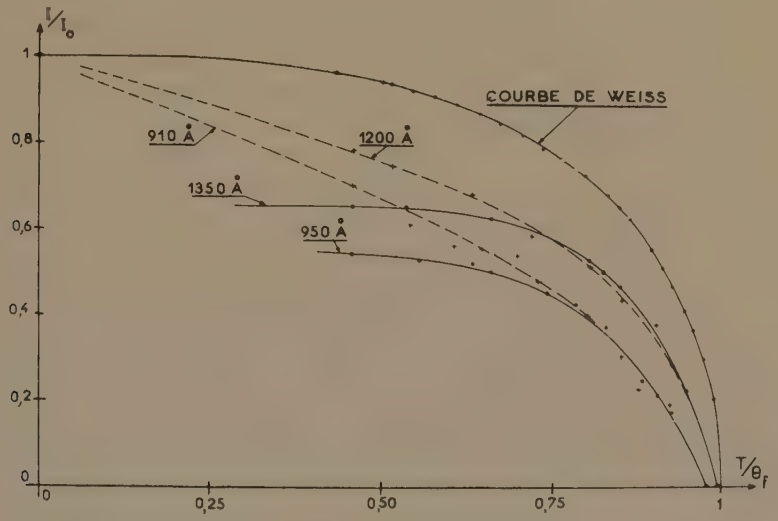


FIGURE 60

Ces considérations montrent que l'hypothèse qu'on a faite en prenant pour I_0 la valeur 508,8 cgs du nickel usuel est sans doute trop optimiste (l'extrapolation des courbes $I = f(t)$ pour chacun des films d'épaisseur > 200 angströms conduit d'ailleurs à des valeurs très nettement inférieures : de 350 cgs environ pour 1 350 angströms, l'aimantation à 0°K diminue progressivement avec l'épaisseur pour être de l'ordre de 285 cgs à 200 angströms). D'autre part, les fluctuations du champ moléculaire vont croissant quand l'épaisseur diminue ; (les dimensions des cristallites décroissant, la structure se faisant plus lâche, le nombre et surtout le rôle

des « porteurs » de moments magnétiques éloignés diminuent donnant progressivement de plus en plus d'importance aux voisins les plus proches).

Dans cette étude de la variation de l'aimantation des dépôts en fonction de leur résistance, la méthode un peu schématique d'extrapolation au-dessous de la température de Curie paramagnétique se justifie par le fait que jusqu'à la température ambiante, les courbes représentant la variation thermique de la résistance des films de palladium ou les paraboles d'extrapolation qu'on leur substitue (Mott [89] puis Bauer [3]) s'en écartent relativement peu. D'autre part, l'erreur systématique par excès que j'ai introduit $\Delta\mathcal{R}$ est compensée, au moins en partie puisque le $\mathcal{R}$ que j'utilise est toujours supérieur à celui qu'on obtient à partir de la parabole précédente (représentant un hypothétique « nickel paramagnétique »).

Sur les figures 56 et 57 sont représentées les courbes de Klein et Smith extrapolées jusqu'aux températures de Curie T_f (traits discontinus — . —). Ces courbes sont fort différentes de celles qui ont été déterminées par le calcul et plus encore des courbes expérimentales tracées sur les réseaux des figures 59 et 60.

La confrontation de la théorie de Valenta avec les résultats expérimentaux conduit aux mêmes écarts.

Enfin pour compléter cette étude, j'ai représenté sur les mêmes faisceaux (fig. 56 et 57) deux courbes calculées par la méthode préconisée par Drigo [36]. On sait que ce dernier a essayé de concilier les résultats de Klein et Smith concernant les dépôts d'un nombre infini de couches monoatomiques avec ceux de Weiss concernant le métal massif. Cette tentative, très arbitraire, ne peut être considérée que comme une approximation grossière : d'une part, la théorie des ondes de spin n'a de sens qu'à très basse température, d'autre part, on montre aisément que le procédé « d'adaptation » utilisé par cet auteur est insensible à la forme des courbes utilisées (Valenta par exemple a montré que la substitution de droites aux courbes de Klein et Smith conduisait pratiquement au même résultat).

Il n'existe par conséquent aucune concordance quantitative entre les résultats expérimentaux (faisant l'objet de ce travail comme de ceux déjà cités [3, 15, 20, 26, 27, 29, 33, 36, 56, 59, 67]) et les théories envisagées précédemment.

Quant à la concordance qualitative, elle n'existe guère que pour la décroissance des températures de Curie T_f avec l'épaisseur.

Faute de résultats expérimentaux plus complets, on ne peut conclure à l'insuffisance de ces théories ; il est indispensable pour pouvoir pousser plus avant la comparaison, de connaître avec plus de précision comment et dans quelle proportion agissent tous les paramètres intervenant dans les propriétés des films minces (structure, interaction avec le support, etc...).

VI,2. — RELATION ENTRE L'EFFET HALL EXTRAORDINAIRE ET LA RESISTIVITE DES DEPOTS.

Divers auteurs ont tenté d'expliquer la caractéristique anormale de l'effet Hall des ferromagnétiques :

a) Karplus et Luttinger [70, 78] d'abord ont montré que l'origine de cette anomalie provient du couplage « spin orbite » des électrons de conduction. Les résultats auxquels ils sont parvenus sont vérifiés de façon assez précise par l'expérience. Les calculs de Karplus et Luttinger qui concernant R'_1 (1) (mais ce dernier ne diffère que de façon insignifiante de R_1) montrent que R'_1 dépend de la résistivité ϱ du ferromagnétique et s'exprime par $R'_1 = A\varrho^2$ A étant pratiquement indépendant de la température [116].

Cette relation est bien vérifiée pour le fer [70, 64] et les ferrosiliciums [75] :

$$R'_1 = 0{,}89.\varrho^{1{,}94}$$

Pour le nickel l'accord n'est que qualitatif : dans les coordonnées bilogarithmiques, R'_1 est bien une fonction linéaire de ϱ mais la pente de la droite n'est que 1,42 et on obtient :

$$R'_1 = 1{,}3.10^{-10} \left(\frac{\varrho}{\varrho_0}\right)^{1{,}42} \text{ en V.cm/A.g.}$$

(avec $\varrho_0 = 10$ micro-ohm/cm).

b) Les travaux de J. Smit [120, 121] sans contester dans leur ensemble les considérations de Karplus et Luttinger n'en posent pas moins le problème différemment. Sa théorie fait intervenir, outre le couplage « spin-orbite », les collisions des électrons entre eux et leurs interactions avec le réseau cristallin : elle conduit toutefois à une loi identique à celle de Karplus et Luttinger.

c) Enfin, E. Ascher [1] a publié des résultats similaires concernant les mesures sur les ferronickels. Au cours de ce travail, il a pu mettre en évidence les effets dûs aux diverses grandeurs intervenant dans l'effet Hall des ferromagnétiques et déterminer la conductivité de Hall.

On peut dire, par conséquent, qu'expérimentalement l'effet Hall extra-

---

(1) Au chapitre III j'ai rappelé que la quantité $(R_1 - 4\pi\delta R_0)$ représentait l'effet Hall dû à l'aimantation. D'autre part Wannier [134] a introduit le champ effectif dû à l'aimantation à l'intérieur du matériau par $2\pi\ (1 + p)I$ où p est la probabilité relative qu'à un électron de conduction de coïncider avec un électron polarisé (porteur de moment magnétique). En posant :

$$R'_1 = R_1 - 2\ \pi\ (1 + p)\ R_0$$

avec $\delta = \dfrac{R_1}{4\ \pi.R_0}$, il vient $R'_1 = R_1\left(1 - \dfrac{1 + p}{2\ \delta}\right)$

ordinaire des ferromagnétiques (à l'état massif) est lié à leur résistivité par une relation du type $R_1 \backsimeq \varrho^n$ dans laquelle n est compris entre 1,4 et 2.

A la suite de l'étude expérimentale de l'effet Hall des dépôts de nickel en fonction de la température j'ai été amené à constater :

A. — Pour les épaisseurs supérieures à 180 angströms, en coordonnées bilogarithmiques (fig. 61), la variation de R_1 en fonction de la résistivité ϱ des dépôts est sensiblement linéaire et croissante. Ceci est vrai jusqu'à des températures inférieures d'une vingtaine de degrés à celle du point de Curie T_f. Les pentes de ces droites sont comprises entre 0,8 et 1,4 environ.

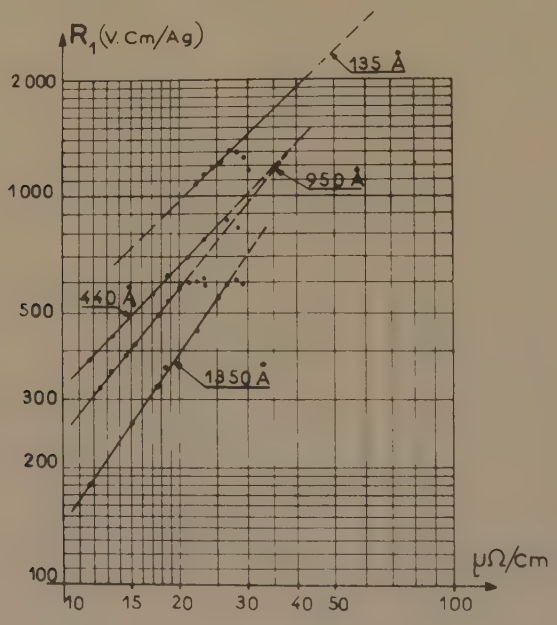


FIGURE 61

Quand on approche puis dépasse le point T_f, la courbe s'infléchit puis chute brutalement (quand on tend vers le paramagnétisme).

Pour les dépôts d'épaisseur inférieure à 100 angströms, la courbe $R_1 = f(\varrho)$ est constamment décroissante.

B. — La comparaison des pentes n des droites et des épaisseurs des couches auxquelles elles se rapportent montre qu'elles diminuent simultanément (fig. 62). La loi reliant n à l'épaisseur est sensiblement linéaire et tend aux fortes épaisseurs vers la valeur observée pour le nickel usuel (valeur qui est atteinte pour 1 300 angströms environ).

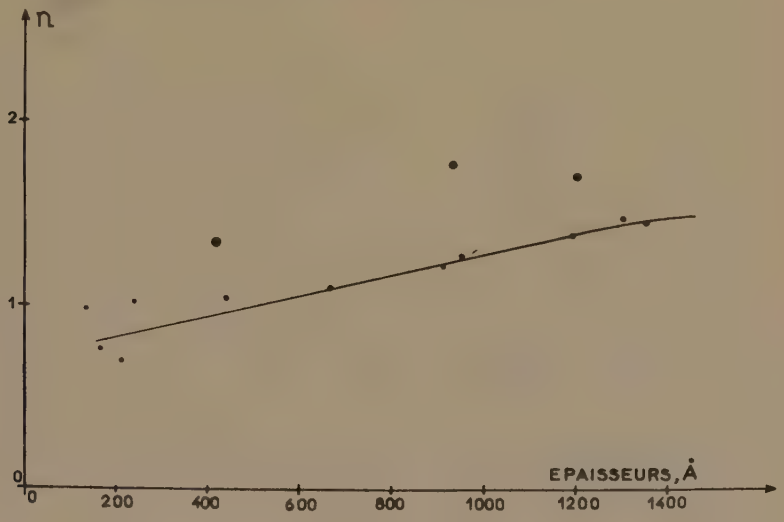


FIGURE 62

Au moins qualitativement, les théories précédentes paraissent vérifiées. Cependant la difficulté demeure quant à la détermination de l'exposant : aussi n'est-il pas possible de conclure à la validité des hypothèses qui servent de fondement aux deux théories précédentes ; autrement dit, si elles correspondent au mécanisme propre de l'effet Hall extraordinaire (couplage « spin-orbite », interactions entre électrons et avec le réseau cristallin).

VI,3. — LIBRE PARCOURS DES ELECTRONS DANS LE NICKEL.

Vers la fin du siècle dernier, on s'est aperçu que la résistivité d'un métal augmentait rapidement lorsque l'une des dimensions du conducteur devenait très petite. J.-J. Thomson a été le premier à tenter d'expliquer ce phénomène en tenant compte d'une limitation artificielle du libre parcours moyen des électrons par les dimensions du conducteur. Ce n'est cependant qu'à la suite des travaux théoriques de Fuchs [46] Chambers et Sondheimer [12] qu'ont été établies les expressions exactes donnant la

relation entre la conductibilité électrique et le rapport e/l (e épaisseur du dépôt, l libre parcours). Cependant cette théorie, qui conduit à des résultats compliqués, est établie pour le modèle métallique constitué d'un « gaz parfait » d'électrons libres ainsi que l'avait fait Sommerfeld dans sa théorie : ceci en principe limite la validité de la théorie de Sondheimer, et sa vérification expérimentale, aux métaux alcalins, au cuivre et à quelques métaux nobles (or, argent).

Afin d'examiner la validité de cette théorie, au moins en première approximation, pour un métal qui ne se rapproche pas du modèle à électrons libres, j'ai essayé de l'appliquer aux lames de nickel.

Pour cela j'ai supposé que tous les électrons étaient diffusés par les deux surfaces des dépôts (p = 0 avec les notations de Sondheimer). Si le rapport e/l reste inférieur à 0,2 la relation de Sondheimer se simplifie : il vient ([84] page 216) :

$$\frac{\sigma}{e} = \frac{3}{4} \cdot \frac{\sigma_\infty}{l} \cdot [\text{Log } l + 0{,}4228 - \text{Log } e]$$

σ_∞ étant la conductibilité du métal massif. Cette relation montre que σ/e est fonction linéaire de Log e.

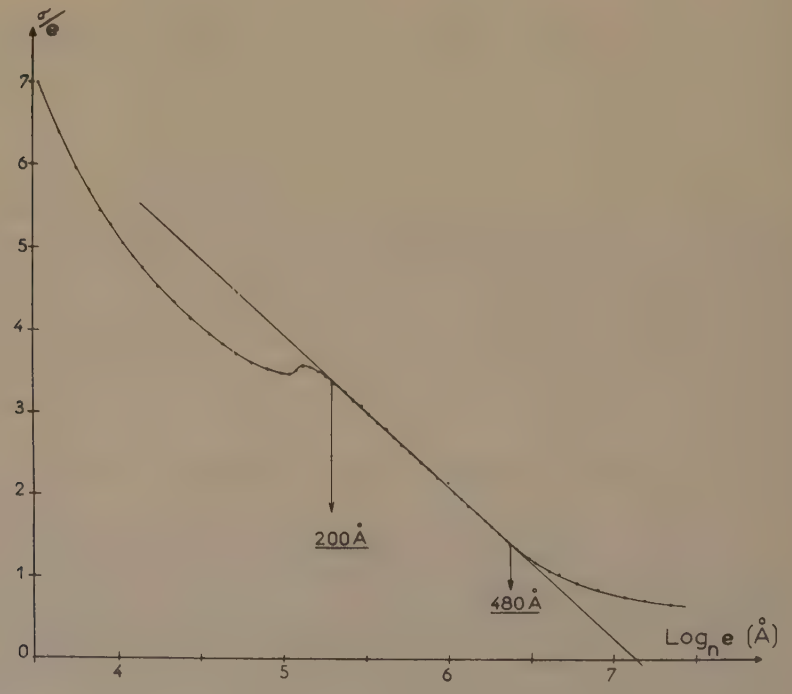


FIGURE 63

J'ai donc été amené à construire la courbe (fig. 63) $\sigma/e = f$ (Log e). Elle présente entre les limites 200 — 480 angströms une partie rigoureusement rectiligne. D'après l'expression de la droite dans cet intervalle, on voit que sa pente 3/4. σ_∞ /l donne la conductibilité d'un nickel massif qui aurait la même structure que les dépôts, le libre parcours moyen étant déterminé par l'abscisse à l'origine de la même droite.

$$\text{Log } l + 0{,}4228 - \text{Log } e = o$$

dans le cas présent il vient :

$$l = 820 \text{ angströms et } \sigma_\infty = 20{,}12.10^4$$

Il est bien évident que de telles valeurs sont beaucoup trop élevées (l est au moins quadruplé par rapport à la réalité physique).

En fait si l'on se reporte à la figure 4 représentant la courbe $\varrho = f$ (e) il semble que *le libre parcours dans le nickel, à la température ambiante, soit de l'ordre de 180 angströms :* au-dessous de cette épaisseur la limitation artificielle du libre parcours provoque une augmentation rapide de la résistivité. D'autre part, on peut remarquer que c'est également au-dessous de cette épaisseur que l'effet Hall (2) des dépôts de nickel augmente brusquement (ce qui est également prévu par la théorie de Sondheimer).

---

(2) La théorie de Sondheimer relative à l'effet Hall des dépôts conduit à des résultats bien plus compliqués que ceux concernant la conductibilité: elle donne le rapport A_H/A_{H_0} des constantes de Hall de la lame et du métal usuel en fonction du champ magnétique, de la vitesse des électrons, de l'épaisseur ainsi que de p et k. Ce rapport se simplifie quand on remarque qu'il est indépendant du champ magnétique (sauf pour des valeurs très grandes de champ qu'on ne peut réaliser actuellement). On est alors conduit à la relation :

$$\frac{A_H}{A_{H_0}} = \frac{[8\ k + 3\ (1 - p)]^2}{16\ k\ [4\ k + 3\ (1 - p)]}$$

où k = e/l et p = fraction des électrons subissant un choc élastique (c'est-à-dire avec changement de signe de la composante normale de la vitesse).

On voit que A_H/A_{H_0} tend vers 1 quand k augmente c'est-à-dire quand l'épaisseur du film croissant on tend vers l'état massif.

Cette formule ne s'applique plus lorsque $k < 1$ tout au plus laisse-t-elle prévoir que le rapport A_H/A_{H_0} va croître lorsque k diminue.

CONCLUSIONS GÉNÉRALES

J'ai développé une étude expérimentale des propriétés électriques et magnétoélectriques (effet Hall et magnétorésistance) des lames minces de nickel en fonction de leur épaisseur et de la température.

Je me suis attaché à mettre en évidence les phénomènes « anormaux » qui se manifestent au voisinage des températures de Curie et à montrer la liaison étroite qui existe (comme pour le métal massif) entre l'aimantation spontanée des dépôts et leur résistivité électrique.

1. — Après avoir décrit la méthode utilisée pour la préparation des lames, une étude détaillée des évolutions spontanées de la résistance électrique des dépôts à diverses températures m'a permis de montrer que cette évolution devenait imperceptible dès que la température du recuit dépassait celle du point de Curie paramagnétique. Après recuit (qui d'une manière générale produit une diminution de la résistivité et un léger accroissement du coefficient de température), on obtient deux types de dépôts présentant des caractéristiques $R = f(t)$ parfaitement réversibles :

a) Les lames de résistance superficielle supérieure à 1 200 ohms (< 20 angströms) ont un coefficient de température constamment négatif dans l'intervalle 0 — 420°C. L'étude de l'influence d'un champ appliqué pendant l'évaporation de ces dépôts m'a permis de montrer que ce comportement dépend de la structure des lames. L'application du champ favorise l'apparition de l'état métallique en conduisant à une meilleure compacité des dépôts.

b) Sur les lames d'épaisseur supérieure à une vingtaine d'angströms ($\sigma > 0$) j'ai mis en évidence l'existence des points de Curie (T_f et T_p ferro et paramagnétique). La température T_f décroît très rapidement dès que l'épaisseur devient inférieure à 200 angströms tandis que T_p diminue assez peu, le ferromagnétisme disparaissant vers 20 angströms à la température ambiante.

2. — L'étude des isothermes de Hall indique qu'au voisinage du point de Curie T_f ferromagnétique les pentes à l'origine de ces courbes chutent brusquement pour s'annuler quand on franchit la température T_p. Pour les fortes épaisseurs (> 180 angströms) l'allure du phénomène est identique à ce qu'on observe pour le métal massif. Pour les épaisseurs plus faibles il est sensiblement différent.

Enfin pour les très faibles épaisseurs (< 20 angströms) on montre que l'application d'un champ électrique pendant l'évaporation des films conduit à des résultats plus cohérents montrant que l'apparition de l' « état métallique » est plus précoce dans ces conditions.

3. — A partir des résultats expérimentaux précédents on déduit :

— les variations des constantes R_0 et R_1 en fonction de la température et de l'épaisseur. L'expérience montre qu'au voisinage du point T_r, il devient difficile de séparer R_0 et R_1.

— l'aimantation des dépôts en fonction de l'épaisseur et de la température.

4. — L'interprétation des courbes d'effet Hall et des magnétorésistances longitudinale et transversale permet de montrer la validité de l'hypothèse de l'existence de domaines tant que les lames restent ferromagnétiques.

5. — Les trois effets magnétoélectriques (magnétorésistances perpendiculaire, transversale et longitudinale) en fonction du champ magnétique et de la température ont la même allure que pour le métal usuel.

Leur étude en fonction de la température met en évidence, de façon très nette, l'anomalie ferromagnétique de résistivité pour la température T_r.

6. — Enfin j'ai tenté d'interpréter les écarts que l'on observe entre les propriétés des dépôts (les plus épais en particulier) et celles du nickel usuel en admettant que les dépôts ont une structure granulaire ferromagnétique comportant un milieu interstitiel ayant des paramètres électromagnétiques différents des grains bien cristallisés.

7. — Mes tentatives d'interprétation ne sont en fait qu'une timide esquisse. Elles permettent dans une certaine mesure de préciser :

a) la validité des théories avancées pour décrire les propriétés des dépôts minces ferromagnétiques.

b) la relation entre l'effet Hall extraordinaire (dû à l'aimantation) et la résistivité des dépôts qui en est la forme :

$$R_1 \backsim \rho^n$$

(pour les épaisseurs supérieures à 180 angströms) sans qu'on puisse actuellement expliquer la variation de n.

c) la théorie de Sondheimer n'est qu'une approximation assez grossière pour les métaux de transition ferromagnétiques.

d) cette étude a encore besoin d'être développée tant au point de vue expérimental que théorique.

Il est en particulier indispensable de rassembler d'autres données expérimentales concernant l'influence du support, la structure et l'orientation du réseau cristallin des films, la compacité..., etc., avant de pouvoir juger les théories et au besoin les perfectionner.

LISTE DES NOTATIONS UTILISÉES DANS L'ENSEMBLE DU TRAVAIL

α_t ou α : coefficient de température de la résistance électrique.
β_0 : pente de la tangente à l'origine des courbes de Hall.
β_m : pente maximum « à l'origine » des courbes de Hall.
δ : paramètre de champ.
e : épaisseur des dépôts.
e_H : champ de Hall.
E_H : tension de Hall.
H_0 : champ magnétique appliqué.
H : champ effectif « à l'intérieur » des dépôts.
i : densité de courant.
I_0 : aimantation spontanée du nickel massif mesuré à 0°K.
I ou I_s : aimantation spontanée des dépôts.
l : largeur des dépôts ou libre parcours moyen des électrons.
L : longueur des dépôts.
p : probabilité « de coïncidence » d'un électron de conduction avec un porteur de moment magnétique.
R : résistance électrique.
R' : résistance électrique mesurée sous l'effet de tension [37].
$\mathcal{R}_f$: résistance électrique d'un hypothétique nickel paramagnétique (extrapolation à partir de T_f).
$\mathcal{R}_p$: résistance électrique d'un hypothétique nickel paramagnétique (extrapolation à partir de T_p).
R_0 : constante de Hall (champ).
R_1 ou R'_1 : constante de Hall d'aimantation.
R_s : résistance superficielle des dépôts obtenus en l'absence de champ.
R_Q : résistance électrique superficielle des dépôts obtenus en présence de champ.
ϱ : résistivité électrique des dépôts.
ϱ_0 : résistivité électrique du nickel massif.
σ : conductibilité électrique des dépôts.
σ_0 :conductibilité électrique du nickel massif.
t : température centigrade.
T : température absolue.
T_f : température de Curie ferromagnétique des couches minces.
T_p : température de Curie paramagnétique des couches minces.
θ ou ε : angle de I_s avec i avant et après application d'un champ magnétique.
θ_f : température de Curie ferromagnétique du nickel usuel.
θ_p : température de Curie paramagnétique du nickel usuel.

INDEX BIBLIOGRAPHIQUE

On pourra trouver une bibliographie complète, mais antérieure à 1955, des études portant sur les lames minces dans la thèse de A. COLOMBANI [16] ainsi que dans « Propriétés magnétiques des lames métalliques minces » [18] (A. COLOMBANI) et « Conductibilité électrique des lames métalliques minces » [7] (A. BLANC-LAPIERRE et M. PERROT).

[1] E.-A. ASCHER, *Helv. Phys. Acta* (1955), 18, p. 667-693.

[2] L.-F. BATES, « *Modern Magnetism* » (Cambridge) (1957).

[3] H.-J. BAUER, *Zeits. f. Phys.* (1959), 153, p. 484-507.

[4] R. BECKER et DÖRING, « *Ferromagnetismus* » (Springer) (1939).

[5] R.-E. BEHRINGER, *J. Appl. Phy.* (1958), 29, p. 1.380-1.381.

[6] F. BITTER, « *Introduction to ferromagnetism* » (Mc. Graw-Hill) (1937).

[7] A. BLANC-LAPIERRE et PERROT, « *Mémorial des Sci. Phys.* », fasc. 57 (1954).

[8] J. BLATT, dans *Seitz et Turnbull* « *Solid State Physics* » (Acad. Press. inc.), T. IV, p. 200.

[9] F. BLOCH, *Zeits. f. Phys.* (1930), 61, p. 206.

[10] R. BOZORTH, « *Ferromagnetism* » (Van Nostrand) (1956).

[11] E.-H. BUTLER, E.-M. PUGH, *Phys. Rev.* (1940), 57, p. 916-921.

[12] B. CABRERA J. TORROJA, *Ann. Phys. Quimina. Esp.* (1913), 1, p. 443-480, 525-542.

[13] B. CABRERA, dans « *Le Magnétisme* », C.N.R.S. (1940).

[14] J. CALLAWAY, dans *Seitz et Turnbull* « *Solid State Physics* » (Acad. Press. inc.), T. VII (1958), p. 193.

[15] L.-E. COLLINS, O.-S. HEAVENS, *Phil. Mag.* (1955), p. 283-288.

[16] A. COLOMBANI, *Ann. Phys.* (thèse) (1944), 19, p. 272.

[17] A. COLOMBANI *Ann. Phys.* (thèse) (1945), 20, p. 335-371.

[18] A. COLOMBANI, *Mém. Sci. Phys.*, fasc. 58 (1954).

[19] A. COLOMBANI, *J. Phys. Rad.* (1956), 17, p. 263-269.

[20] A. COLOMBANI, G. GOUREAUX, *C. R. Acad. Sci.* (1958), 246, p. 1.979-1.983.

[21] A. COLOMBANI, C. VAUTIER, P. HUET, *C. R. Acad. Sci.* (1958), 247, p. 1.838-1.841.

[22] A. COLOMBANI, P. HUET, *C. R. Acad. Sci.* (1957), 244, p. 1.344-1.347.

[23] A. COLOMBANI, P. HUET, C. VAUTIER, *C. R. Acad. Sci.* (1958), 246. p. 2.869-2.872.

[24] A. COLOMBANI, G. GOUREAUX, *C. R. Acad. Sci.* (1959), 248, p. 380-383.

[25] A. COLOMBANI, G. GOUREAUX, *C. R. Acad. Sci.* (1959), 249, p. 381-383.

[26] A. Colombani, G. Goureaux, P. Huet, *J. Phys. Rad.* (1959), 20, p. 303-309.
[27] A. Colombani, G. Goureaux, « *Structure and properties of thin films* » (John Wiley and Sons, Inc.) (1959), p. 393-401.
[28] A. Colombani, G. Goureaux, *C. R. Acad. Sci.* (1960), 250, p. 1.264-1.266.
[29] R. Coren, H.-J. Juretschke, *J. Appl. Phys.* (1957), 14, p. 806-809.
[30] E.-C. Crittenden, R.-W. Hoffman, *Rev. Mod. Phys.* (1953), 25, p. 310-315.
[31] E.-C. Crittenden, R.-W. Hoffman, *J. Phys. Rad.* (1956), 17, p. 179-183.
[32] E.-C. Crittenden, R.-W. Hoffman, *J. Phys. Rad.* (1956), 17, p. 220-223.
[33] E.-C. Crittenden, R.-W. Hoffman, *J. Phys. Rad.* (1956), 17, p. 270-273.
[34] Debye, *Zeits. f. Phys.* (1920), 21, p. 178.
[35] F.-M. Devienne, *Mém. Sci. Phys.*, fasc. 53 (1952).
[36] Drigo, *Nuovo Cimento.* (1951), 8, p. 498.
[37] E. Englert, *Ann. Phys.* (1932), 14, p. 589-612.
[38] G.-C. Fletcher, *Proc. Phys. Soc.* (1959), 65, p. 192-202.
[39] S. Foner, E.-M. Pugh, *Phys. Rev.* (1953), 91, p. 20.
[40] S. Foner, *Phys. Rev.* (1954), 95, p. 652.
[41] R. Forrer, *J. Phys. Rad.* (1930), I, sér. 8, p. 49-64.
[42] M.-G. Foster, *Phys. Rev.* (1938), 53, p. 250.
[43] V. Frank, *Appl. Sci. Research.* (1953-1954), B. 3, p. 129.
[44] B. Franken, A. Van Itterbeeck, G.-J. Van den Berg, D.-A. Lockhorst, *Physica* (1952), 18, n° 10, p. 771-779.
[45] J. Friedel, *J. Phys. Rad.* (1955), 16, p. 829-838.
[46] K. Fuchs, Proc. Cambridge, *Phil. Soc.* (1938), 34, p. 100-108.
[47] W. Gerlach, *Zeits. f. Phys.* (1930), 59, p. 847.
[48] W. Gerlach, *Ann. Phys.* (1931), 9, p. 649.
[49] W. Gerlach, Schneiderhan, *Ann. Phys.* (1930), 6, p. 772.
[50] S.-J. Glass, M.-J. Klein, *Phys. Rev.* (1958), 109, p. 288-291.
[51] J.-B. Goodenough, D.-O. Smith, *Tech. Rep. Lincoln. Lab.* (I, 1959), N° 197.
[52] G. Goureaux, A. Colombani, *C. R. Acad. Sci.* (1958), 246, p. 740-744.
[53] G. Goureaux, P. Huet, A. Colombani, *C. R. Acad. Sci.* (1958), 247, p. 189-193.
[54] G. Goureaux, A. Colombani, *C. R. Acad. Sci.* (1959), 248, p. 543-546.
[55] G. Goureaux, A. Colombani, *C. R. Acad. Sci.* (1959), 249, p. 511-513.
[56] G. Goureaux, A. Colombani, *C.R. Acad. Sci.* (1960), 250, p. 4.310-4.312.
[57] G. Guinier, « *Eléments de Physique moderne* » (Bordas) (1951).
[58] W. Heisenberg, *Zeits. f. Phys.* (1928), 49, p. 619-636.
[59] W. Hellenthal, *Zeits. f. Phys.* (1958), 153, p. 359-371.
[60] R.-W. Hoffman, R.-D. Daniels, E.-C. Crittenden, *Proc. Phys. Soc.* (1954), 67, p. 497-500.

[61] L. Holland, « *Vacuum déposition of thin films* ». (Chapman et Hall, London).
[62] P. Huet, A. Colombani, *C. R. Acad. Sci.* (1957), 244, p. 1.626-1.629.
[63] I. Isemberg, B.-R. Russel, R.-F. Greene, *Rev. Sci Instr.* (1948), 19, p. 685.
[64] J.-P. Jan, H.-M. Gijsman, *Physica* (1952), 18, p. 339-355.
[65] J.-P. Jan, *Helv. Phys. Acta* (1952), 25, p. 677-700.
[66] J.-P. Jan, dans *Seitz et Turnbull* « *Solid State Physics* » (Acad. Press. inc.), T. V. (1957), p. 1-85.
[67] H.-H. Jensen, A. Nielsen, *Trans. Danish. Acad. ATS* (1953), 2, p. 3-14.
[68] J. Kaczer, *Czechosl. J. Phy.* (1957), 7, p. 557-567.
[69] J. Kaczer, *J. Appl. Phys.* (1958), 29, p. 569-572.
[70] R. Karplus, J.-M. Luttinger, *Phys. Rev.* (1954), 95, p. 1.154-1.160.
[71] W.-H. Keesom, *Zeits. f. Phys.* (1921), 11, p. 129 et 643.
[72] C. Kittel, *Phys. Rev.* (1946), 70, p. 965-971.
[73] M.-J. Klein, R.-M. Smith, *Phys. Rev.* (1951), 81, p. 378-380.
[74] T.-G. Knorr, R.-W. Hoffman, *J. Appl. Phys.* (1958), 29, p. 1.512.
[75] C. Kooi, *Phys. Rev.* (1954), 95, p. 843-844.
[76] A. Kundt, *Wied. Ann.* (1893), 49, p. 257.
[77] F. London, *Trans. Faraday. Soc.* (1937), 33, p. 8.
[78] J.-M. Luttinger, *Phys. Rev.* (1958), 112, p. 739-751.
[79] D.-K.-C. Mac Donald, K. Sarginson, *Proc. Roy. Soc.* (1950), p. 224-240.
[80] J.-R. Mac Donald, *Phys. Rev.* (1957), 106, p. 890-892.
[81] Z. Malek, V. Kambersky, *Czechosl. J. Phy.* (1958), 4, p. 416-422.
[82] C. Maurain, *J. Phys. pure et appliquée* (1902), I, 4e Série, p. 151-156, p. 90-100.
[83] H. Mayer, « *Physik Dünner Schichten* » (1955).
[84] H. Mayer, *Métalloberfläche* (1958), 12, p. 257-262.
[85] N. Mostovetch, B. Vodar, « *Electrical conductivity of very thin metallic films evaporated in high vacuum* » dans *Semi-conducting materials* (*Butterworths Scientific Publications*, London) (1951), p. 260.
[86] N. Mostovetch, *Ann. Phys.* (1953), 8, p. 61.
[87] N.-F. Mott, *Proc. Phys. Soc.* (1935), 47, p. 571-588.
[88] N.-F. Mott, *Proc. Roy. Soc. London* (1936), A 153, p. 699-717.
[89] N.-F. Mott, *Proc. Roy. Soc. London* (1936), A 154, p. 368-382.
[90] N.-F. Mott, Stevens, *Phil. Mag.* (1957), 23, p. 1.364-1.386.
[91] L. Néel, *Ann. Phys.* (1932), 18, 10e Série, p. 5-103.
[92] L. Néel, *J. Phys. Rad.* (1935), 6, p. 27-34.
[93] L. Néel, *Ann. Univ. Grenoble* (1945), XXI, p. 299-343.
[94] L. Néel, *Ann. Phys.* (1948), 3, p. 137.
[95] L. Néel, *Physica* (1949), 15, p. 225-234.

[96] L. Néel, *C. R. Acad. Sci.* (1955), 241, p. 533-535.
[97] L. Néel, *J. Phys. Rad.* (1956), 17, p. 250-255.
[98] N. Nifontoff, *Public. Sci. Université d'Alger*, B. II (1956), p. 31-113, p. 295-349.
[99] A. Perrier, *Helv. Phys. Acta.* (1930), 3, p. 400.
[100] A. Perrier, *Helv. Phys. Acta.* (1933), 6, p. 462.
[101] A. Perrier, *Helv. Phys. Acta.* (1958), 31, p. 558-564.
[102] Perrot et David, *C. R. Acad. Sci.* (1952), 234, p. 1.753.
[103] H.-H. Potter, *Proc. Phys. Soc.* (1937), 49, p. 671-678.
[104] S. Procopiu, *C. R. Acad. Sci. de Roumanie* (1945), 7, p. 47.
[105] E.-M. Pugh, *Phys. Rev.* (1930), 36, p. 1.503-1.511.
[106] E.-M. Pugh, T.-W. Lippert, *Phys. Rev.* (1932), 42, p. 709-713.
[107] E.-M. Pugh, N. Rostoker, A. Schindler, *Phys. Rev.* (1950), 80, p. 688-692.
[108] E.-M. Pugh, N. Rostoker, *Rev. Mod. Phys.* (1953), 25, p. 151-157.
[109] T. Rappeneau, *C. R. Acad. Sci.* (1956), 243, p. 1.403-1.406.
[110] T. Rappeneau, *Thèse*, Paris (1958).
[111] L. Reimer, *Zeits. f. Natur.* (1957), p. 550-557.
[112] L. Reimer, *Zeits. f. Natur.* (1957), p. 558-561.
[113] L. Reimer, *Zeits. f. Phys.* (1958), p. 277-286.
[114] G. Ribaud, « *Mesure des températures* », Armand Colin (1948).
[115] G. Ribaud, « *Etudes de Pyrométrie pratique* » (Eyrolles) (1959).
[116] D. Rivier, *Helv. Phys. Acta.* (1956), 29, p. 203-206.
[117] H. Rubinstein, H.-W. Fuller, M.-E. Hale, *J. Appl. Phys.* (1960), 31, p. 437-438.
[118] F. Seitz, « *Théorie moderne des solides* », traduc. franç. Masson (1949).
[119] J. Smit, *Physica* (1951), XVI, p. 612-627.
[120] J. Smit, *Thèse*, Leiden, (1956).
[121] J. Smit, *Suppl. Nuovo. Cim.* (1957), p. 1.177-1.182.
[122] A.-W. Smith, *Phys. Rev.* (1910), 30, p. 1-34.
[123] E.-H. Sondheimer, *Phys. Rev.* (1950), 80, p. 401-406.
[124] E.-H. Sondheimer, *Adv. Phys.* (1952), I, p. 1-42.
[125] E. Tatsumoto, T. Okamoto, *J. Phys. Soc. Japan* (1959), 14, p. 976-977.
[126] L. Valenta, *Izvest. Akad. Nauk. S.S.S.R., ser. fiz.* (1957), XXI, p. 879-886.
[127] L. Valenta, *Czechosl. J. Phys.* (1957), 7, p. 127-132 et 136-148.
[128] L. Valenta, *Czechosl. J. Phys.* (1959), 9, p. 29-36.
[129] A. Van Itterbeeck, De Greve, *Portugalia Phys.* (1946), 2, fasc. 2, p. 125.
[130] A. Van Itterbeeck, R. Lambeir, B. Francken, G.-J. Van der Berg, D.-A. Lockhorst, *Physica* (1952), 18, p. 137-144.

[131] A. Van Itterbeeck, *J. Phys. Rad.* (1956), 17, p. 241-249.
[132] A. Van Itterbeeck, A. Dupré, *J. Phys. Rad.* (1958), 19, p. 113-118.
[133] Vodar, *J. Phys. Rad.* (1956), 17, p. 183.
[134] G.-H. Wannier, *Phys. Rev.* (1947), 72, p. 304-312.
[135] P. Weiss, G. Foex, « *Le magnétisme* » (A. Colin) (1951).
[136] H.-J. Williams, R.-C. Sherwood, *J. Appl. phys.* (1957), 28, p. 548-555.

Propositions données par la Faculté :

LA RÉSONANCE FERROMAGNÉTIQUE

Vu :

Le Président de la Thèse.

A. COLOMBANI.

Vu :

Le Doyen,

N. LOZAC'H.

Vu et permis d'imprimer :

Caen, le 23 Septembre 1960.

Le Recteur, Président du Conseil de l'Université,

P. DAURE.

IMPRIMERIE
CAENNAISE

— Pierre LAFOND : *Gérant* —

ACHEVÉ D'IMPRIMER
LE 23 FÉVRIER 1961

DÉPOT LÉGAL : N° 530. — 1er TRIMESTRE 1961
N° D'EDITEUR : 459